

**Johannes Richter**

**Entwicklung einer Prozessregelung für das  
atmosphärische Plasmaspritzen zur Kompensation  
elektrodenverschleißbedingter Effekte**

**Fertigungstechnik –  
aus den Grundlagen für die Anwendung**  
Schriften aus der Ilmenauer Fertigungstechnik

Herausgegeben von

Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Jean Pierre Bergmann  
(Technische Universität Ilmenau).

**Band 2**

# **Entwicklung einer Prozessregelung für das atmosphärische Plasmaspritzen zur Kompensation elektrodenverschleißbedingter Effekte**

Johannes Richter



Universitätsverlag Ilmenau

2014

# Impressum

## **Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek**

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Angaben sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Diese Arbeit hat der Fakultät für Maschinenbau der Technischen Universität Ilmenau als Dissertation vorgelegen.

Tag der Einreichung:	11. Juni 2013
1. Gutachter:	Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Jean Pierre Bergmann (Technische Universität Ilmenau)
2. Gutachter:	Prof. Dr.-Ing. habil. Johannes Wilden (Hochschule Niederrhein, Krefeld)
3. Gutachter:	Dr.-Ing. Sascha Martin Kyeck (Turbine Airfoil Coating & Repair GmbH, Berlin)
Tag der Verteidigung:	10. Dezember 2013

Technische Universität Ilmenau/Universitätsbibliothek

### **Universitätsverlag Ilmenau**

Postfach 10 05 65

98684 Ilmenau

[www.tu-ilmenau.de/universitaetsverlag](http://www.tu-ilmenau.de/universitaetsverlag)

### **Herstellung und Auslieferung**

Verlagshaus Monsenstein und Vannerdat OHG

Am Hawerkamp 31

48155 Münster

[www.mv-verlag.de](http://www.mv-verlag.de)

**ISSN** 2199-8159 (Druckausgabe)

**ISBN** 978-3-86360-108-9 (Druckausgabe)

**URN** urn:nbn:de:gbv:ilm1-2013000734

---



# Danksagung

Die vorliegende Dissertation entstand im Rahmen meiner Tätigkeit als Doktorand bei der Turbine Airfoil Coating and Repair GmbH in Berlin.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater, Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Jean Pierre Bergmann, für die engagierte fachliche Betreuung und die kritischen Fragen, welche einen wichtigen Teil zur Orientierung innerhalb des Themenkomplexes beigetragen haben.

Ich danke Dr. Bahadır Basdere als Geschäftsführer der Turbine Airfoil Coating and Repair GmbH stellvertretend für die organisatorische und finanzielle Unterstützung durch das Unternehmen.

Herzlich danken möchte ich zudem Dr. Sascha Kyeck für die Themenfindung, die inhaltlichen Diskussionen sowie die betriebliche Betreuung, und Prof. Dr.-Ing. habil. Johannes Wilden für die Unterstützung in der Anfangsphase der Dissertation und die Übernahme der Zweitkorrektur.

Ebenso danken möchte ich den Mitarbeitern und Kollegen der Turbine Airfoil Coating and Repair GmbH, die mich während der Promotionsphase unterstützt haben. Ohne die organisatorische Hilfe während der Versuchsreihen und das Fachwissen in der Entwicklungsabteilung wäre diese Promotion nicht möglich gewesen.

Für die moralische Unterstützung auf dem Weg bis zur Fertigstellung der Dissertation danke ich meiner Familie und meinen Freunden.

*Meinen Eltern gewidmet.*



# Kurzfassung

Die Herstellung von keramischen Wärmedämmschichten auf Gasturbinschaufeln stellt eine komplexe Herausforderung dar, da der atmosphärische Plasmaspritzprozess durch eine Vielzahl von Einflussgrößen und hohe Sensitivität gegenüber äußeren Einwirkungen gekennzeichnet ist. Eine Sonderstellung unter den Störgrößen nimmt der Elektrodenverschleiß ein, da durch diesen Effekt eine kontinuierliche Veränderung der Beschichtungsergebnisse bezüglich Spritzeffizienz und Schichtmikrostruktur hervorgerufen wird.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, eine Prozessregelung zu entwickeln, die eine Stabilisierung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses und damit eine Reduzierung der Schwankungen der Beschichtungsergebnisse über die Elektrodenlaufzeit ermöglicht. Die Versuche sollen im fertigungsnahen Umfeld anhand von Turbinenschaufeln durchgeführt werden, um eine direkte Implementierung der Regelung in die Serienfertigung zu ermöglichen. Als Basis für die Entwicklung der Prozessregelung erfolgt zunächst die Beschreibung der Grundlagen zu Wärmedämmschichten, Herstellungsverfahren und Prozessdiagnostik. Darauf aufbauend werden die Einflussfaktoren mit den stärksten Effekten auf die Beschichtungsergebnisse anhand der elektrodenverschleißinduzierten Veränderungen im unregelmäßigen Langzeitbeschichtungsversuch ermittelt und als Regelgrößen definiert. Nach der Bestimmung der Steuergrößen werden im Anschluss die Prozessregelungsansätze in Langzeitbeschichtungsversuchen überprüft und die Prozessfähigkeiten berechnet.

Die Versuche zeigen insgesamt eine signifikante Stabilisierung der Beschichtungsergebnisse unter Verwendung der entwickelten Prozessregelung auf Basis der Regelgrößen (i) Partikelintensität, (ii) Partikelgeschwindigkeit und (iii) elektrischer Spannung. Als Steuergrößen werden die elektrische Stromstärke, sowie das primäre und sekundäre Plasma-gas verwendet. In den Verifizierungsversuchen wird darüber hinaus gezeigt, dass mithilfe der konventionellen Leistungsregelung nur eine bedingte Stabilisierung des Beschichtungsprozesses ermöglicht wird und die entwickelte Prozessregelung auch auf andere atmosphärische Plasmaspritzprozesse mit veränderten Parametern und Brennerkonfigurationen anwendbar ist.

# Abstract

The atmospheric plasma spray process is characterized by numerous influencing variables and a high sensitivity to external effects. Therefore, the production of thermal barrier coatings represents a major challenge, particularly under increasing quality requirements. Whereas most effects provoke uniformly distributed deviances, the electrode wear causes a continuous shift in the coating results with regard to deposition efficiency and coating microstructure. Hence, the objective of this thesis is the development of a process control which allows a reduction of these variations throughout the electrodes' operating cycle and thereby a stabilization of the entire coating process. The tests shall be performed under production conditions of turbine blade manufacturing in order to enable a direct implementation of the developed process control in series manufacturing.

The development process is based on a profound analysis of thermal barrier coating technologies, manufacturing methods and process diagnostics. The most important influencing factors on coating results are identified and defined as control variables using long-term coating experiments. Subsequently, the most effective control factors are determined before verifying the process control approaches in long-term coating experiments. The experimental findings show significantly stabilized coating results, using a process control based on the control variables (i) particle intensity, (ii) particle velocity and (iii) voltage. As control factors the amperage and the volumetric flow of the primary and secondary gas lines are established. Furthermore, the results of the verification experiments show that the state-of-the-art control of the

electrical power does not provide an effective stabilization of the coating process and that the process control can also be applied to other atmospheric plasma spray processes with modified parameters and gun configurations.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1	Motivation . . . . .	1
1.2	Aufbau der Arbeit . . . . .	4
<b>2</b>	<b>Wärmedämmschichten und thermische Spritzverfahren</b>	<b>6</b>
2.1	Thermisch gespritzte Wärmedämmschichten . . . . .	6
2.1.1	Aufbau von Wärmedämmschichtsystemen in Gasturbinenschaufeln . . . . .	7
2.1.2	Schichtenentstehung und Haftmechanismen . . . . .	10
2.2	Beschichtungsverfahren des thermischen Spritzens . . . . .	13
2.2.1	Verfahrensprinzip und Klassifizierung . . . . .	13
2.2.2	Atmosphärisches Plasmaspritzen . . . . .	15
2.2.3	Energieübertragung beim Plasmaspritzen . . . . .	17
2.3	Einflussgrößen und Beschichtungseigenschaften beim atmosphärischen Plasmaspritzen . . . . .	20
2.3.1	Einflussgrößen des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses . . . . .	21
2.3.2	Störgrößen und Prozessstabilität . . . . .	24
2.3.3	Elektrodenverschleißinduzierte Prozessverschiebungen . . . . .	32
2.3.4	Physikalische Effekte bei Variation ausgewählter Einflussgrößen . . . . .	36

<b>3</b>	<b>Diagnostik und Prozesskontrolle beim thermischen Spritzen</b>	<b>42</b>
3.1	Statistische Methoden zur Prozessanalyse und -regelung	42
3.1.1	Ermittlung der Fähigkeit von Prozessen . . . . .	43
3.1.2	Statistische Versuchsplanung und Regressionsanalysen . . . . .	44
3.1.3	Multivariate Regelung mit Fuzzy-Logik und künstlichen Neuronalen Netzen . . . . .	47
3.2	Verfahren und Systeme zur Prozesskontrolle . . . . .	49
3.2.1	Anlagen- und Brennersensorik . . . . .	50
3.2.2	Plasma- und Partikeldiagnostik . . . . .	51
3.2.3	Substrat- und Schichtbildungsdiagnostik . . . . .	63
3.3	Beschreibung möglicher Echtzeit-Prozessregelungsansätze	66
3.3.1	Regelung ohne Plasma- und Partikeldiagnostik .	70
3.3.2	Regelung auf Basis quantitativer Partikeldiagnostik	72
3.3.3	Regelung auf Basis qualitativer Plasma- und Partikeldiagnostik . . . . .	75
3.4	Abschließende Bewertung der Regelungsmöglichkeiten atmosphärischer Plasmaspritzprozesse . . . . .	77
<b>4</b>	<b>Wissenschaftlicher Ansatz und Zielsetzung</b>	<b>81</b>
<b>5</b>	<b>Experimentelle Untersuchungen</b>	<b>84</b>
5.1	Vorgehensweise zur Entwicklung der Prozessregelung . .	84
5.2	Anlagenaufbau und Diagnosetechniken . . . . .	86
5.3	Durchführung der Beschichtungsversuche . . . . .	87
5.3.1	Grundlagenversuche . . . . .	88
5.3.2	Langzeitbeschichtungs- und Regelungsversuche .	89
5.4	Messtechnik und optische Mikrostrukturanalyse . . . . .	94
<b>6</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>97</b>
6.1	Analyse der Prozessveränderungen im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung . . . . .	98



6.2	Ermittlung der Systemgrößen und Prozessregelungsansätze	106
6.2.1	Ermittlung potenzieller Steuer- und Regelgrößen	107
6.2.2	Verifizierung der Zusammenhänge zwischen Systemgrößen und Beschichtungseigenschaften . . .	113
6.2.3	Definition der zu überprüfenden Prozessregelungsansätze . . . . .	122
6.3	Implementierung der Prozessregelung . . . . .	123
6.3.1	Messgrößenvarianz und Sensitivität der Systemgrößen . . . . .	124
6.3.2	Nichtlinearitäten und Wechselwirkungen . . . . .	132
6.3.3	Statischer Regelungsansatz und Regelungsmodell	136
6.4	Überprüfung der Prozessregelungsansätze in Langzeitbeschichtungsversuchen . . . . .	140
6.4.1	T,v,U-Regelungsansatz . . . . .	141
6.4.2	Int,v,U-Regelungsansatz . . . . .	145
6.4.3	Vergleich und Interpretation der Beschichtungsergebnisse . . . . .	149
6.4.4	Auswahl der leistungsfähigsten Prozessregelung	154
6.5	Verifizierung der Prozessregelung und Vergleich zur Leistungsregelung . . . . .	157
6.6	Übertragung des Regelungsansatzes auf einen alternativen Plasmaspritzprozess . . . . .	168
6.7	Diskussion und Bewertung der entwickelten Prozessregelung . . . . .	176
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>183</b>
	<b>Anhang</b>	<b>187</b>
	<b>Verzeichnisse</b>	<b>194</b>
	Abkürzungen . . . . .	194
	Symbole . . . . .	195
	Formeln . . . . .	197

Literatur . . . . .	200
Abbildungen . . . . .	214
Tabellen . . . . .	220

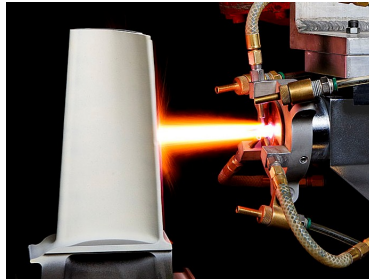
# 1 Einleitung

## 1.1 Motivation

Die Anforderungen an Wärmedämmschichten und Beschichtungsprozesse bei der Herstellung von Gasturbinenbauteilen sind in den vergangenen Jahrzehnten kontinuierlich gestiegen. Die immer höheren Arbeitsgastemperaturen haben dabei dazu geführt, dass insbesondere bei heißgasbeaufschlagten, rotierenden Bauteilen die Toleranzen bezüglich der Beschichtungsanforderungen reduziert wurden. Zur Herstellung der Wärmedämmschichten wird hauptsächlich der atmosphärische Plasmaspritzprozess verwendet, da aufgrund des hochenergetischen, elektrischen Lichtbogens und der dadurch induzierten hohen Plasmaenthalpie die Schmelztemperatur des keramischen Spritzzusatzwerkstoffes bei diesem Verfahren weit überschritten wird. Die Hauptvorteile des Keramikwerkstoffes liegen dabei in den thermisch isolierenden Eigenschaften, die während der Laufzeit der Gasturbine eine geringere Wärmeeinbringung in das Bauteil bewirken. Dies führt unter Verwendung des gleichen Schaufelwerkstoffes zu einer Erhöhung der maximalen Arbeitsgastemperatur und somit einer Effizienzsteigerung der Gasturbine.

Der atmosphärische Plasmaspritzprozess (Abbildung 1.1) kann anlagentechnisch im Vergleich zu anderen Plasmaspritzverfahren relativ unkompliziert umgesetzt werden. Trotzdem ist das Beschichten mit vielen Herausforderungen verbunden. Der Hauptgrund dafür liegt in der Vielzahl an Einflussgrößen und Variablen, deren Zusammenhänge nach aktuellem Stand der Technik nicht vollständig erklärt werden können. Dies zeigt sich auch darin, dass dieses Herstellungsverfahren von einigen

Autoren als „Kunst“ beschrieben wird, da die Beschichtungsergebnisse in besonderen Maße abhängig sind von einem fundierten Verständnis der physikalischen Zusammenhänge, der verwendeten Anlagentechnik und der Erfahrung bzw. Intuition der Maschinenbediener [2]. Neben den inhärenten Prozessschwankungen liegt eine weitere Herausforderung in der Sensitivität der Prozessergebnisse in Bezug auf geringste Schwankungen der Einflussvariablen wie beispielsweise Oberflächenvorbereitung oder Hilfsstoffe.



**Abb. 1.1:** Beschichtung einer Turbinenschaufel unter Verwendung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses [1].

Die meisten Störgrößen im atmosphärischen Plasmaspritzprozess bewirken zufällige Prozessschwankungen und die durchschnittlichen Effekte gleichen sich über die Zeit aus. Im Gegensatz dazu verursacht der Verschleiß der Elektroden einen systematischen Einfluss auf die Beschichtungsergebnisse. Der Erosionsprozess wird durch den fluktuierenden Lichtbogen hervorgerufen, da durch Neuzündung Beschädigungen an den Elektroden verursacht werden. Bei keramischen Wärmedämmschichten führt dies zu signifikanten Veränderungen der Beschichtungsergebnisse über der Elektrodenlaufzeit. Aufgrund der hohen Anforderungen beispielsweise bezüglich Dicke und Mikrostruktur der Beschichtung können diese Schwankungen Abweichungen und damit eine erhöhte Nacharbeits- und Ausschussquote bewirken.

Die Auswirkungen der Elektrodenerosion werden bereits seit der Entwicklung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses untersucht. Aufgrund der eingeschränkten Messtechnik basierten die ersten Prozessregelungen auf anlagentechnischen Einflussgrößen wie der elektrischen Spannung am Brenner, mit deren Hilfe beispielsweise eine konstante Leistung realisiert wurde. Seit der Entwicklung von plasma- und partikeldiagnostischen Messsystemen in den 1980er Jahren sind viele weitere Prozessregelungsansätze entwickelt worden. Die erweiterte Anwendung dieser Systeme hat zudem dazu geführt, das Wissen über die thermodynamischen Zusammenhänge des Beschichtungsprozesses signifikant zu erweitern. Trotz des verbesserten Prozessverständnisses sind bis jetzt jedoch nur wenige kommerzielle Regelungssysteme zur Marktreife entwickelt worden. Die meisten Fertigungsbetriebe vertrauen hauptsächlich auf das gesammelte Expertenwissen der Maschinenbediener, die den Beschichtungsprozess und die Anlagentechnik professionell beherrschen und Prozessschwankungen unter Verwendung verschiedener Methoden ausgleichen. Hauptnachteil dieser Vorgehensweise liegt darin, dass die Beschichtungsqualität des einzelnen Bauteils von der Erfahrung und dem regelungstechnischen Geschick des Maschinenbedieners abhängig ist. Damit ist die Realisierung konstanter Schichtqualität über die komplette Produktion nur schwer sicherzustellen.

Die weiter steigenden Anforderungen an keramische Wärmedämmschichten werden in Zukunft dazu führen, dass die Stabilisierung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses bezüglich der elektrodenschleißbedingten Effekte an Bedeutung gewinnt. Aus diesem Grund liegt der Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit auf der Entwicklung eines Regelungsverfahrens, welches eine Kompensation dieser Effekte ermöglicht und damit die Schwankungen der Beschichtungsergebnisse reduziert. Das Verfahren soll direkt in der industriellen Serienfertigung anwendbar sein und damit eine breite Anwendung ermöglichen. Auf diese Weise kann umfangreiche Langzeiterfahrung zur Prozessregelung

gesammelt werden, um langfristig eine konstante Schichtqualität über den kompletten Beschichtungsprozess zu gewährleisten.

## 1.2 Aufbau der Arbeit

Die Arbeit gliedert sich in sieben Kapitel. Nach der Einleitung in Kapitel 1 wird der Stand der Technik zu Wärmedämmschichten, thermischen Spritzverfahren und Online-Prozessdiagnostik beschrieben. Dazu wird in Kapitel 2 ein Überblick über die Eigenschaften und Besonderheiten von keramischen Wärmedämmschichten sowie deren Herstellungsverfahren mit dem atmosphärischen Plasmaspritzprozess gegeben. Außerdem werden die Einflussgrößen und die Effekte bei deren Variation detailliert analysiert, um auf der Grundlage eine fundierte Diskussion im Ergebnisteil zu ermöglichen.

In Kapitel 3 erfolgt die Beschreibung der statistischen Methoden und der Verfahren und Systeme zur Prozesskontrolle. Diese bilden die Basis für die Zusammenstellung und Analyse der verschiedenen Prozessregelungsansätze. Zum Abschluss des Grundlagenteils werden die aktuellen Regelungsmöglichkeiten für atmosphärische Plasmaspritzprozesse bewertet, wobei Defizite und Probleme aufgezeigt werden.

Auf Basis des Grundlagenteils wird in Kapitel 4 der wissenschaftliche Ansatz der Arbeit und die Zielsetzung formuliert. In Kapitel 5 erfolgt die Beschreibung der Vorgehensweise zur Entwicklung der Prozessregelung. Außerdem wird die Durchführung der Beschichtungsversuche und das verwendete anlagen- und messtechnische Equipment beschrieben.

Die Versuchsergebnisse sind in Kapitel 6 dargestellt. Es wird zunächst der Beschichtungsprozess ohne Prozessregelung analysiert, um auf der Basis geeignete Messgrößen zu identifizieren, welche die Beeinflussung der Beschichtungszielgrößen ermöglichen. Die Prozessregelungsansätze werden in Langzeitbeschichtungsversuchen überprüft und im Anschluss auf einen alternativen Plasmaspritzprozess angewendet, um eine Verallgemeinerung der Aussagen zu ermöglichen.

---

In Kapitel 7 erfolgt die Zusammenfassung der Arbeit und es wird ein Ausblick mit Empfehlungen für nachfolgende Untersuchungen zur entwickelten Prozessregelung gegeben.

## 2 Wärmedämmschichten und thermische Spritzverfahren

Die Herstellung von Wärmedämmschichten stellt aufgrund der komplexen Zusammenhänge zwischen den Einflussgrößen des Prozesses und daraus resultierenden Beschichtungsergebnissen eine große Herausforderung dar. Die Entwicklung einer Prozessregelung für das atmosphärische Plasmaspritzen setzt daher ein tiefgreifendes Verständnis über die Wirkung der verschiedenen Einflussfaktoren voraus. Aus diesem Grund werden in diesem Kapitel die theoretischen Grundlagen zu thermisch gespritzten Wärmedämmschichten und dem atmosphärischen Plasmaspritzprozess erläutert. Auf der Basis erfolgt im Anschluss die detaillierte Beschreibung und Kategorisierung der verschiedenen Einflussgrößen.

### 2.1 Thermisch gespritzte Wärmedämmschichten

In vielen Bereichen der Industrie haben sich thermische Spritzverfahren zu einer Standardtechnologie bei der Optimierung der Oberflächeneigenschaften entwickelt, beispielsweise bezüglich Verschleißfestigkeit, Korrosionbeständigkeit oder elektrischer Leitfähigkeit [3].



### 2.1.1 Aufbau von Wärmedämmschichtsystemen in Gasturbinenschaufeln

Beim Einsatz von heißgasbeaufschlagten Bauteilen in Industrie- und Fluggasturbinen werden aufgrund der Hochtemperaturbeanspruchung sehr hohe Anforderungen an Werkstoffe und Herstellungsverfahren gestellt. In den letzten Jahrzehnten konnte eine Steigerung der Turbineneinlasstemperatur, bei gleichzeitiger Forderung nach erhöhter Zeitstandfestigkeit und Korrosionsbeständigkeit, nur durch den Einsatz innovativer Kühlkonzepte und spezieller Legierungen realisiert werden. Im Höchsttemperaturbereich von über  $T = 1300\text{ °C}$  stoßen jedoch auch gerichtet erstarrte oder einkristalline Nickelbasislegierungen an ihre Einsatzgrenzen, so dass bei vielen Anwendungen eine erhöhte Kühlleistung erforderlich wird, um die Bauteiltemperaturen zu reduzieren. Ein erhöhter Kühllufteneinsatz führt jedoch zu einem geringeren Wirkungsgrad der Anlage, so dass in modernen Turbinen eine Kombination aus Wärmedämmschicht und Innenkühlung zum Einsatz kommt [4].

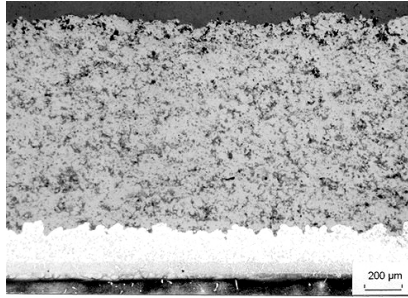
Das Konzept von Wärmedämmschichten (WDS) besteht in der Reduzierung des Wärmeübertrags von einem Medium, beispielsweise dem Arbeitsgas in einer Turbine, in ein Bauteil. Dies ermöglicht die Senkung des Energieverlustes, wodurch beispielsweise in der Hochtemperaturtechnik höhere Arbeitsgastemperaturen ermöglicht werden. So kann bei einer innengekühlten Turbinenschaufel die Heißgastemperatur um  $\Delta T = 275\text{ °C}$  erhöht werden, wenn eine keramische Wärmedämmschicht von  $D = 300\text{ }\mu\text{m}$  Dicke aufgebracht wird [8]. Damit stellen Wärmedämmschichten im Gegensatz zu einer Intensivierung der Kühlmaßnahmen ein elegantes Mittel dar, um bei konstanten Bauteiltemperaturen den Wirkungsgrad durch höhere Prozesstemperaturen zu steigern oder die Haltbarkeit des Bauteils aufgrund dessen abgesenkter Temperatur zu verlängern. Die Anforderungen an Wärmedämmschichtsysteme für Gasturbinenkomponenten können wie folgt zusammengefasst werden [8]:

- *Physikalisch/thermisch*: niedrige Wärmeleitfähigkeit, möglichst geringe Differenz der thermischen Ausdehnung zum Substrat, thermisch stabiler Phasenaufbau
- *Mechanisch*: ausreichende Mikrorissigkeit, ausreichende Haftung zwischen Wärmedämm- und metallischer Grundschrift, Erosionsbeständigkeit, glatte Oberfläche
- *Chemisch*: ausreichende Oxidationsbeständigkeit (metallische Haftschrift) und Korrosionsbeständigkeit (Wärmedämmschicht)
- *Ökonomisch*: ausreichende Lebensdauer, hohe Reproduzierbarkeit und Automatisierbarkeit des Beschichtungsprozesses

Die Lebensdauer der Komponenten hängt insbesondere davon ab, ob die keramische Wärmedämmschicht die höhere, thermisch induzierte Volumenänderung des Substrates in der Mikrostruktur ausgleichen kann. Des Weiteren sind eine ausreichende Haftung auf dem Untergrund und eine hohe Oxidationsbeständigkeit der Haftschrift erforderlich, damit die Wärmedämmschicht während der geforderten Lebensdauer nicht abgesprengt wird [8].

Moderne stationäre Gasturbinen werden hauptsächlich mit Duplex-Wärmedämmschichtsystemen ausgestattet, welche aus einer MCrAlY-Haftschrift (Bondcoat) und einer keramischen Wärmedämmschicht bestehen (Abbildung 2.1) [8, 9].

Wärmedämmschichten der aktuellen Generation bestehen meistens aus Zirkoniumoxid ( $\text{ZrO}_2$ ). Dieser Werkstoff ist im Vergleich zu anderen Oxidkeramiken besonders resistent gegenüber chemischen Einflüssen und verfügt neben einer hohen Festigkeit auch über einen besonders niedrigen Wärmeleitkoeffizienten von  $\kappa = 1 - 1,5 \frac{\text{W}}{\text{mK}}$  [8]. Reines Zirkoniumoxid tritt je nach Temperatur des Werkstoffs in drei stabilen Modifikationen auf: kubisch, tetragonal und monoklin. Bei der Abkühlung treten aufgrund der Phasenumwandlung, insbesondere von der tetragonalen zur monoklinen Kristallstruktur, Volumensprünge von bis zu



**Abb. 2.1:** Keramische Wärmedämmschicht aus  $\text{ZrO}_2$ -7 Ma.-%- $\text{Y}_2\text{O}_3$  auf einer vakuumplasmagespritzten NiCrAlY-Haftschrift im Ausgangszustand [8].

4 % auf [5]. Die mechanischen Spannungen können dabei zu Makrorissen und zum Abplatzen der Schicht führen. Um diesen Effekt zu vermeiden, lassen sich durch Zugabe von Stabilisatoren wie Yttriumoxid ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), abhängig vom Dotierungsgehalt, die tetragonale oder kubische Kristallstruktur stabilisieren.

Bei thermisch gespritzten Wärmedämmschichten werden durch die verfahrensbedingte, schnelle Abkühlung der Spritzpartikel die Bildung von tetragonalen Strukturen durch Diffusion des Stabilisators vermieden. Es bildet sich eine  $t'$ -Phase mit tetragonaler Struktur und dem Stabilisatorgehalt der kubischen Ausgangsphase, wodurch eine Umwandlung in die monokline Phase auch bei mechanischer oder thermischer Belastung verhindert wird [5]. In Wärmedämmschichten wird daher in vielen Fällen ein Stabilisatorgehalt von 6–8 Ma.-%- $\text{Y}_2\text{O}_3$  verwendet, um den hohen thermischen und mechanischen Spannungen beim An- und Abfahren von Gasturbinen standzuhalten. Neben Yttrium-teilstabilisiertem Zirkoniumoxid, befinden sich weitere Schichtsysteme mit Elementen wie Gadolinium, Lanthanum und Strontium in der Entwicklung. Diese sollen in Zukunft Yttrium als Legierungselement ersetzen, um beispielsweise die Wärmeleitfähigkeit weiter zu reduzieren und höhere Arbeitsgastemperaturen zu ermöglichen [8,10,11].

Da die Keramikschiicht einen guten Ionenleiter darstellt, ist zusätzlich eine Haftschiicht erforderlich, welche das Substrat vor Heißgaskorrosion und Oxidation schützt. Außerdem verbessert sie die Haftung durch eine rauere Oberfläche und reduziert als Zwischenschicht die durch unterschiedliche Wärmeausdehnungskoeffizienten induzierten Zug- und Druckspannungen zwischen Substrat und Keramikschiicht [4,8]. Auf Hochtemperaturkomponenten werden hauptsächlich MCrAlY-Haftschiichten verwendet, wobei das M für die Basismetalle wie Eisen (Fe), Kobalt (Co) oder Nickel (Ni) steht. Die Schutzwirkung der Haftschiicht im Bereich über  $T = 950\text{ }^{\circ}\text{C}$  basiert hauptsächlich auf dem kontinuierlichen Wachstum einer  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schicht (TGO, Thermal Grown Oxide). Diese bildet sich aus den Aluminiumbestandteilen in der MCrAlY-Legierung und stellt eine chemisch und thermodynamisch stabile Barriere zwischen Substrat und Wärmedämmschiicht dar. In vielen Fällen werden CoNiCrAlY-Werkstoffe eingesetzt, da Kobalt und Nickel einen guten Schutz vor Oxidation und Heißgaskorrosion bieten. Die Legierungselemente Chrom und Yttrium bewirken darüber hinaus eine Verlängerung der Lebensdauer im Einsatz durch die Reduktion der Natrium-Korrosion und verhindern das Eindringen von Schwefel mit der Erzeugung von Yttrium-Sulfiden [4].

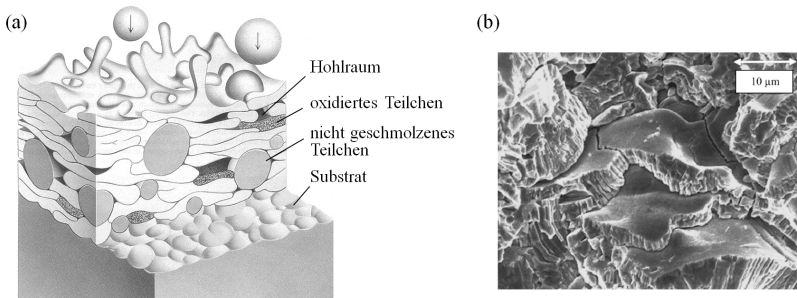
Für die Herstellung von keramischen Wärmedämmschiichten werden hauptsächlich atmosphärische Plasmaspritzprozesse und physikalische Gasphasenabscheideverfahren (EB-PVD – Electron Beam Physical Vapour Deposition) eingesetzt. Die MCrAlY-Haftschiicht wird hingegen mit Vakuum-Plasmaspritzprozessen oder dem Hochgeschwindigkeitsflammspritzen (HVOF – High Velocity Oxygen Fuel) aufgebracht [4,8].

### 2.1.2 Schichtentstehung und Haftmechanismen

Die Verfahren zur Herstellung thermisch gespritzter Schichten basieren alle auf einem gemeinsamen Grundprinzip. Dabei wird eine konzentrierte und energiereiche Wärmequelle verwendet, um den Spritzzusatz-

werkstoff aufzuschmelzen und die Partikel mit hoher Geschwindigkeit auf eine Substratoberfläche zu beschleunigen [4, 12].

Verfahrensbedingt wird bei den meisten thermischen Spritzprozessen ein inhomogener Strom an schmelzflüssigen Partikeln erzeugt, dem stark fluktuierende und chaotische Prozesse zugrunde liegen (vgl. Kapitel 2.2.3). Dies führt beispielsweise zu ungleichmäßig aufgeschmolzenen Partikeln oder unterschiedlichen Partikelgeschwindigkeiten [12]. Durch Überlagerung der Partikel auf dem Substrat bildet sich eine lamellenartige Schicht aus, die Strukturfehler im Schichtaufbau aufweist (Abbildung 2.2a).



**Abb. 2.2:** (a) Prinzipdarstellung der Entstehung einer lamellaren, plasma-gespritzten Schicht [18] und (b) Aufnahme der Bruchfläche einer atmosphärisch plasmagespritzten Wärmedämmschicht mit einem Rasterelektronenmikroskop [21].

Typisch sind beispielsweise nicht vollständig aufgeschmolzene Partikel, Hohlräume (Poren) oder auch die Bildung von Oxidlamellen bei metallischen Spritzwerkstoffen [12, 17]. In Abbildung 2.2b sind die übereinander liegenden Schichten an der Bruchfläche einer atmosphärisch plasmagespritzten Schicht zu erkennen.

Die Haftung einer thermisch gespritzten Beschichtung wird entscheidend durch die chemischen und metallurgischen Wechselwirkungen zwischen den Spritzteilchen untereinander und mit dem Substrat beein-

flusst. Sie basiert auf dem Zusammenwirken von drei Hauptmechanismen: (i) mechanische Verklammerung, (ii) physikalische Adhäsion (einschließlich Chemisorption und Epitaxie) und (iii) Diffusion bzw. Reaktion [4, 12]. Die *(i) mechanische Verklammerung* wird je nach Spritzwerkstoff und Verfahren von vielen Autoren als einer der wichtigsten Haftmechanismen angesehen [4]. Sie basiert auf einer durch Raustrahlen „aktivierten“ Substratoberfläche, die durch eine hohe Oberflächenenergie und Gitterfehlstellendichte gekennzeichnet ist. Damit können sich die schmelzflüssigen Spritzpartikel aufgrund der hohen kinetischen Energie einfach mit den Unebenheiten in der Substratoberfläche verbinden. Die Abkühlraten betragen je nach Material zwischen  $10^6$  und  $10^8$  K/s [6, 7]. Dabei entsteht eine formschlüssige Verbindung, welche durch Schrumpfspannungen zusätzlich eine kraftschlüssige Komponente erhält, wenn die schmelzflüssigen Partikel die Rauheitsspitzen umfließen und dabei erstarren. Die *(ii) Adhäsion* wird beim thermischen Spritzen in drei Mechanismen unterteilt. Die *physikalische Adhäsion* basiert auf elektrostatischen Van der Waal’schen Nebenvalenzkräften, welche eine aktivierte und saubere Oberfläche voraussetzen, damit sich Substrat und Beschichtungswerkstoff auf Gitterebene verbinden können. Die *Chemisorption* beschreibt den Austausch von Valenzelektronen, der beispielsweise bei Metallen mit unausgefüllten Elektronenschalen zu beobachten ist. Ein weiterer adhäsiver Effekt ist die *Epitaxie*, welche in der Spritztechnik das orientierte Anwachsen von Kristallgitterordnungen eines flüssigen oder gasförmigen Beschichtungswerkstoffs beschreibt und nur bei völliger Reinheit der Reaktionspartner auftritt. Den dritten Haftungsmechanismus stellen Wechselwirkungen durch *(iii) Diffusion* und *Reaktion* dar. Voraussetzung für *Diffusion* ist die Zufuhr thermischer Energie und zusätzlich eine hohe Fehlstellendichte der Substratoberfläche. Diffusionsprozesse können sowohl beim Beschichten als auch während der Wärmebehandlung auftreten. Die Atome verlassen dabei nach Überschreitung ihrer Aktivierungsenergie die Gitterplätze und bilden durch Oberflächen-, Korngrenzen- oder Vo-

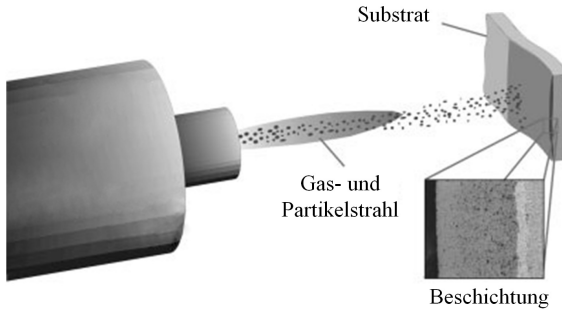
lumendiffusion zwischen Beschichtungs- und Grundwerkstoff eine äußerst stabile Verbindung. Bei der *Reaktion* werden im Gegensatz dazu intermediäre Phasen gebildet, wenn entsprechende Affinitätsbeziehungen zwischen den Reaktionspartnern bestehen [4].

## 2.2 Beschichtungsverfahren des thermischen Spritzens

Für die Herstellung von thermisch gespritzten Beschichtungen kann eine Vielzahl von Prozessen eingesetzt werden. Im Folgenden werden zunächst das grundlegende Verfahrensprinzip und die Unterschiede zwischen den verschiedenen Varianten erläutert. Im Anschluss folgt eine detaillierte Beschreibung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses.

### 2.2.1 Verfahrensprinzip und Klassifizierung

Die ersten Versuche zum thermischen Spritzen wurden bereits 1910 von M. U. Schoop durchgeführt. Dieser beschrieb ein Verfahren, bei dem ein Strom aus geschmolzenen Partikeln zentriert wurde, um eine Schicht zu erzeugen. Im Laufe des letzten Jahrhunderts sind zahlreiche Verfahrensvarianten entwickelt worden und das thermische Spritzen wurde in vielen Industriezweigen zu einer etablierten Beschichtungstechnologie [9, 23]. Thermische Spritzverfahren werden vor allem zur Optimierung der Oberflächeneigenschaften durch das Aufbringen einer Funktionsbeschichtung eingesetzt. Gemäß DIN EN 657 umfasst das thermische Spritzen dabei verschiedene Beschichtungsverfahren, bei denen Spritzzusatzwerkstoffe innerhalb oder außerhalb von Spritzgeräten aufgeschmolzen und auf entsprechend vorbereitete Oberflächen beschleunigt werden [3, 24]. Alle Verfahren basieren auf einer energiereichen Wärmequelle, wodurch die Beschichtungswerkstoffe aufgeschmolzen und die Partikel mit hoher Geschwindigkeit auf die Oberfläche des Substrats gespritzt werden (Abbildung 2.3) [4].



**Abb. 2.3:** Prinzipdarstellung des thermischen Spritzprozesses [25].

Grundsätzlich können dabei je nach Verfahren nahezu alle schmelzbaren und sich bei Erhitzung nicht direkt zersetzenden oder sublimierenden Materialien verwendet werden. Bei den Spritzzusatzwerkstoffen haben sich Drähte und Pulver, seltener auch Stäbe oder Suspensionen, als Einsatzform durchgesetzt. Der Werkstoff wird dem Prozess durch einen Fördermechanismus, beispielsweise mithilfe eines Pulverförderers und Fördergasen, zugeführt. Durch die Bewegung des Brenners (oder des Bauteils) wird eine gleichmäßige Verteilung der Spritzpartikel gewährleistet [17].

Aufgrund der Vielzahl an Verfahrensvariationen (Abbildung 2.4) steht für nahezu jeden Einsatzzweck ein geeignetes Verfahren zur Verfügung. Zu den grundlegenden Vorteilen des thermischen Spritzens gehören eine geringe thermische Belastung des Grundwerkstoffs und die hohe Flexibilität des Verfahrens. Diese ist insbesondere durch eine vielfältige Werkstoffauswahl, die Unabhängigkeit von Größe und Komplexität des Bauteils und die Variabilität bei der Realisierung unterschiedlicher Schichtdicken gekennzeichnet. Nachteilig stehen dem jedoch unter anderem eine geringe Haftfestigkeit ohne thermische Nachbehandlung, die Mikroporosität und die erhöhten Eigenspannungen der Spritzschicht bei höheren Schichtdicken gegenüber. Außerdem bestehen Einschrän-



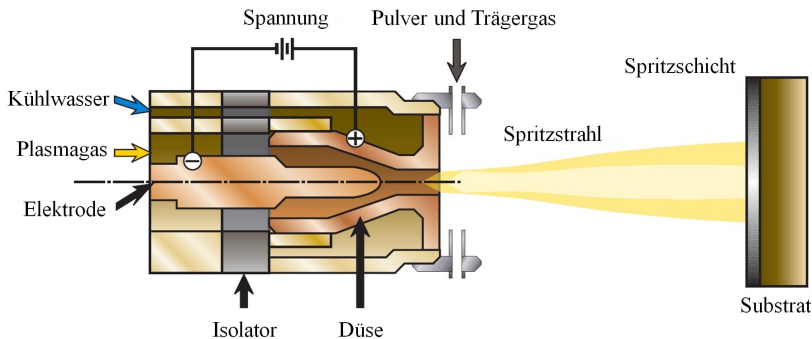
kungen bezüglich geometrischer Abmessungen, beispielsweise bei Innenbeschichtungen [3, 13].



**Abb. 2.4:** Einteilung der thermischen Spritzverfahren nach Art des Energieträgers gemäß DIN EN 657:2005 [24].

## 2.2.2 Atmosphärisches Plasmaspritzen

Der atmosphärische Plasmaspritzprozess (APS) stellt eine der wichtigsten Verfahrensvarianten des Plasmaspritzens dar. Als Energiequelle wird ein hochenergetischer Lichtbogen eingesetzt, welcher über eine Hochfrequenzentladung zwischen einer kegelförmigen, thoriumdotierten Wolframkathode und einer ringförmigen, wolframausgekleideten Kupferanode gezündet wird (Abbildung 2.5). Die Kathode emittiert dabei Elektronen, welche mit den einströmenden Gasatomen (bzw. Gas-molekülen) kollidieren und somit deren Dissoziation und Ionisation bewirken. Dadurch wird ein elektrisch leitfähiges Gemisch aus Elektronen und Ionen – ein Plasma – generiert. Beim Eintritt in die Brennerdüse erzeugen schräge Bohrungen im Gasverteilung einen Drall im Plasma-gas, wodurch eine Einschnürung und Rotation des Lichtbogens bewirkt wird. Am Düsenaustritt rekombinieren die dissoziierten Moleküle und die freien Elektronen neutralisieren die Ionen. Dabei wird eine hohe Energiemenge freigesetzt (Rekombinationsenergie), durch die Tempe-



**Abb. 2.5:** Prinzipdarstellung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses [26].

turen von bis zu  $20.000^{\circ}\text{C}$  im Kern des Plasmas erzeugt werden. Der starke Temperaturanstieg bewirkt eine Expansion des Plasmagases und damit hohe Plasmastrahl- und Partikelgeschwindigkeiten. In der Gesamtbetrachtung erfolgt eine Umwandlung von elektrischer in thermische und kinetische Energie [4].

Der Energiegehalt des Plasmas ist unter anderem von den verwendeten Plasmagasen abhängig. Dabei bewirken einatomige Gase wie Argon (Ar) oder Helium (He) wegen fehlender Dissoziation bei gleicher Temperatur eine niedrigere Plasmaenthalpie als zweiatomige Gase wie Wasserstoff ( $\text{H}_2$ ) oder Stickstoff ( $\text{N}_2$ ). In der Praxis werden häufig Kombinationen beider Gasarten eingesetzt, um eine optimale Mischung in Bezug auf Plasmaeigenschaften wie Temperatur, Geschwindigkeit oder elektrischer und thermischer Leitfähigkeit zu erreichen [4, 14].

Bei den meisten APS-Brennern wird ein pulverförmiger Spritzzusatzwerkstoff mittels Trägergasstrom in den Plasmastrahl injiziert. Durch Überlagerung von radialer Injektionsgeschwindigkeit der Partikel und axialer Geschwindigkeit des Plasmastrahls verfolgen die Pulverpartikel je nach Größe, Masse und Oberflächenbeschaffenheit unterschiedliche Flugbahnen. Dies führt aufgrund von hohen Temperaturgradienten im Plasma zu unterschiedlichen Aufschmelzgraden der Partikel [4]. We-

gen der hohen Plasmatemperaturen eignet sich der APS-Prozess insbesondere zur Verarbeitung hochschmelzender Werkstoffe wie Zirkoniumoxid.

### 2.2.3 Energieübertragung beim Plasmaspritzen

Mikrostruktur und physikalische Eigenschaften thermisch gespritzter Beschichtungen sind stark von den Vorgängen während der Plasma-Partikel- und Partikel-Substrat-Interaktion abhängig. Die Kenntnis dieser Zusammenhänge stellt daher die Basis für alle Aktivitäten zur Optimierung oder Regelung des Beschichtungsprozesses dar. Im Folgenden werden die wichtigsten Grundlagen zur Energieerzeugung und -übertragung im Plasmaspritzprozess erläutert. Dazu wird dieser in drei Teilprozesse gegliedert [12]:

1. Erzeugung des Plasmastrahls im Brenner
2. Impuls- und Wärmeübertrag auf die Spritzpartikel
3. Wechselwirkung zwischen Partikel und Substrat

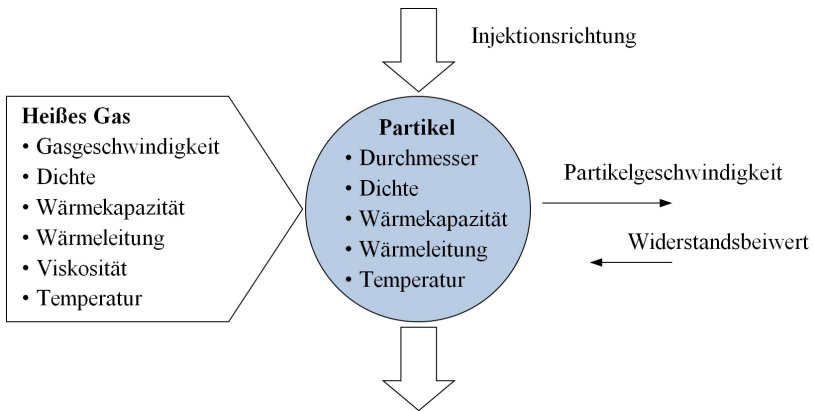
#### **Erzeugung des Plasmastrahls im Brenner**

Die physikalischen Eigenschaften des Plasmagasstrahls, wie Gastemperatur und -geschwindigkeit, hängen direkt von der zugeführten elektrischen Leistung ab, welche im Lichtbogen umgesetzt wird. Sie ist durch Spannung und Stromstärke definiert und nur durch die Anlagentechnik begrenzt. Die elektrische Energie wird im Hochstromlichtbogen in Joulesche Wärme umgewandelt und über Konvektion, Wärmeleitung und Strahlung auf das umströmende Gas übertragen. Die Effizienz der Wärmeübertragung und damit Ionisation des Gases ist unter anderem von der Gaszusammensetzung (vgl. Kapitel 2.2.2) und der geometrischen Beschaffenheit des Strömungskanals zwischen Anode und Kathode abhängig. Die energetische Effizienz des Prozesses ist insgesamt gering. Den größten Anteil haben Wärmeverluste im Brenner durch Innenkühlung, Strahlungsverluste und Konvektion. Aufgrund von Förderraten

des Spritzzusatzwerkstoffes von teilweise nur wenigen Gramm pro Minute und der kurzen Verweildauer der Partikel im Plasmastrahl beträgt die Gesamteffizienz des Prozesses daher nur wenige Prozent [12, 23].

### Impuls- und Wärmeübertrag auf die Spritzpartikel

Die Interaktion der Spritzpartikel mit dem expandierenden Plasmagasstrahl ist durch komplexe Prozesse gekennzeichnet. Die Energie der heißen Gasströmung wird in Form von Wärme und Impuls auf die Partikel übertragen und beeinflusst direkt die Partikeleigenschaften wie Temperatur und Geschwindigkeit. Je nach Wärmezufuhr und Größe werden die Pulverpartikel dabei erhitzt, geschmolzen und teilweise verdampft. Die wichtigsten physikalischen Größen des Plasmastrahls und eines ideal kugelförmigen Partikels sind in Abbildung 2.6 dargestellt [12].



**Abb. 2.6:** Charakteristische Heißgas- und Partikeleigenschaften bei der Energieübertragung auf einen Spritzpartikel [12].

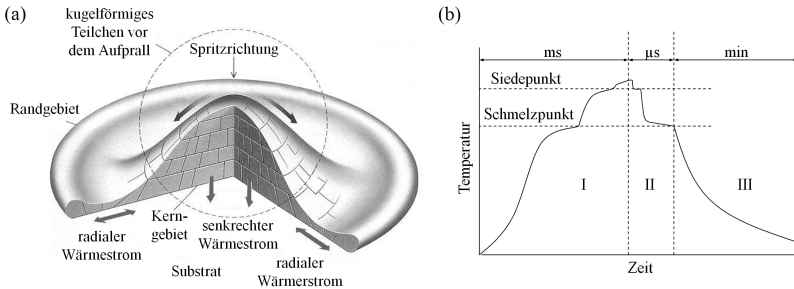
Die *Wärmeübertragung* auf die Partikel erfolgt durch Wärmeleitung, Konvektion und Strahlung. Dabei können verschiedene Effekte den Wärmeübergang auf die Partikel negativ beeinflussen. Dazu gehört beispielsweise das Eindüsen einer zu großen Pulvermenge, wodurch eine Abkühlung der Plasmaflamme und damit eine geringere Aufheizung

der einzelnen Partikel bewirkt wird. Des Weiteren kann eine zu hohe Partikeldichte zu Kollisionen und damit zur Agglomeration von geschmolzenen Spritzteilchen führen, welche sich aufgrund des größeren Partikeldurchmessers langsamer aufheizen. Die *Impulsübertragung* erfolgt durch das umströmende Gas und ist damit unter anderem von Masse, Form und Anfangsgeschwindigkeit der Partikel abhängig [12].

### Wechselwirkungen zwischen Partikel und Substrat

Beim Auftreffen auf dem Grundwerkstoff verformen sich die Spritzpartikel und kühlen innerhalb weniger Millisekunden ab. Die Ausbildung der Morphologie des einzelnen Partikels ist dabei von verschiedenen Faktoren abhängig. Neben Durchmesser und Geschwindigkeit sind insbesondere Temperatur und Abkühlgeschwindigkeit von Bedeutung, da sie die maximale Dauer einer möglichen Verformbarkeit der Partikel nach dem Aufprall bestimmen. Des Weiteren werden die Fließvorgänge durch die Viskosität der Schmelze, die Oberflächenspannung und den Wärmeübergangskoeffizienten zwischen Partikel und Substrat beeinflusst. Die resultierende Splatmorphologie hat einen entscheidenden Einfluss auf die mikrostrukturellen Schichteigenschaften wie Oxidanteile, Porosität und Adhäsion (vgl. Kapitel 2.1.2) [12].

Durch den Partikel- und Plasmagasstrahl erfolgt eine kontinuierliche Wärmeübertragung auf die Substratoberfläche (Abbildung 2.7a). Den Hauptanteil stellt dabei die latente Wärme der erstarrenden Partikel bei der Abkühlung auf Umgebungstemperatur dar. Zusätzlich erfolgt ein Wärmeübertrag durch Konvektion zwischen Heißgas und Substrat, durch Wärmestrahlung sowie durch die umgewandelte kinetische Energie der Partikel. Der gesamte Vorgang von der Injektion bis Auftreffen auf dem Substrat dauert dabei nur wenige Millisekunden. In Abbildung 2.7b ist die Partikeltemperatur in den verschiedenen Bereichen von der Flug- bis zur Abkühlphase dargestellt [12].



**Abb. 2.7:** (a) Idealisierter Material- und Wärmefluss in einem Partikel unmittelbar nach dem Auftreffen auf der Substratoberfläche [18];  
 (b) Partikeltemperatur über der Zeit: I Flug- / Aufheizphase;  
 II Auftreffen auf dem Substrat, Verformung und Erstarrung;  
 III Abkühlung auf Raumtemperatur [27].

## 2.3 Einflussgrößen und Beschichtungseigenschaften beim atmosphärischen Plasmaspritzen

Die Anzahl der Einflussgrößen beim atmosphärischen Plasmaspritzprozess werden mit bis zu 200 angegeben [2,4,9]. Dabei ist hervorzuheben, dass sich viele Faktoren gegenseitig beeinflussen und nicht unabhängig voneinander betrachtet werden können, wodurch die Komplexität des Gesamtsystems weiter erhöht wird. Als Einflussgrößen werden prinzipiell alle Faktoren betrachtet, welche die Beschichtungsergebnisse beeinflussen. Sie werden unterteilt in Steuergrößen, deren Wert für ein Produkt oder Prozess auf einen bestimmten Betrag eingestellt und dort gehalten wird, und in Störgrößen, deren Wert nicht vorgegeben werden kann [15].

### 2.3.1 Einflussgrößen des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses

In der Literatur ist eine Vielzahl an Übersichten zu den Einflussgrößen beim Plasmaspritzen verfügbar. Eine der umfangreichsten Aufstellungen von Ladru [9] auf Basis von Schnaut [16] ist in Tabelle 2.1 und 2.2 dargestellt. Darin wird, kategorisiert nach Spritzsystem, Pulver und Substrat, eine Auswahl der wichtigsten Einflussgrößen beschrieben. Die Auflistung wurde bezüglich der Plasmabrennereinflüsse aus Killinger [12] ergänzt.

Die Zusammenhänge bei Veränderung einzelner Einflussgrößen des Prozesses sind komplex und lassen sich oft nur mithilfe systematischer Analysen erkennen. Zur Veranschaulichung dieser Problematik werden im Folgenden beispielhaft die Prozessauswirkungen bei Veränderung des Beschichtungspulvers erläutert, wobei nur der Herstellungsprozess und nicht die chemische Zusammensetzung betrachtet wird.

Im Turbinenbau werden hauptsächlich agglomeriert-gesinterte oder plasmaverdichtete Pulver für die keramischen Wärmedämmschichten eingesetzt. Zur Herstellung von agglomeriert-gesinterten Pulvern werden die feinen Bestandteile des Rohstoffes zunächst zu einer Suspension vermengt und dann bei erhöhter Temperatur zerstäubt. Dadurch werden Agglomerate gebildet, die jedoch einen schwachen Pulverzusammenhalt aufweisen. Aus diesem Grund erfolgt im Anschluss in vielen Fällen eine Pulververfestigung und Verdichtung, beispielsweise durch Sinterprozesse. Zur Erzeugung plasmaverdichteter Pulver (HOSP Prozess) werden durch Agglomeration oder Sinterung hergestellte Basispulver in eine Plasmaflamme injiziert, geschmolzen und in einen wassergekühlten Auffangbehälter gesprüht. Dabei entstehen dichte, sphäroidisierte, homogene Pulver [2,19]. Die Unterschiede in der Oberflächenstruktur der Pulver sind in Abbildung 2.8 dargestellt.

Als Ausgangsmaterial wurde für beide Pulver Zirkoniumoxid verwendet. Damit verfügen diese über exakt gleiche chemische Materialeigen-

**Tab. 2.1:** Übersicht der Einflussgrößen beim Plasmaspritzen (Teil I) [9, 12, 16].

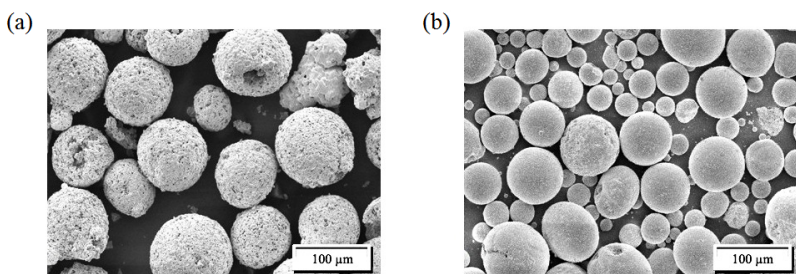
Spritzsystem	
Plasma- brenner	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Anode (Düse)</i>: Geometrie (Düsendurchmesser), Zustand</li> <li>• <i>Kathode</i>: Geometrie, Zustand</li> <li>• <i>Kühlsystem</i>: Kühlmittel, Durchflussmenge</li> </ul>
Betriebsstoffe	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Plasmagase</i>: Zusammensetzung, Reinheit, Gasart (atomar/ biatomar)</li> <li>• <i>Substratkühlung</i>: Durchflussmenge, Durchflussgeometrie, thermophysikalische Eigenschaften des Kühlmittels</li> </ul>
Anlagen- variablen	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Handhabung</i>: Rotationssymmetrie/Flachproben, Spritzabstand, Vorschubgeschwindigkeit, Spritzwinkel</li> <li>• <i>Steuerschrank</i>: Gasmassenströme, Pulvermassenströme, Kühlmittellein-/ -austrittstemperatur</li> <li>• <i>Spritzumgebung</i>: Atmosphäre (Medium), Druck, Temperatur, Feuchtigkeit</li> </ul>
Pulver	
Aufbereitung	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Chemisch</i>: Zusammensetzung, Homogenität</li> <li>• <i>Physikalisch</i>: Schmelzpunkt, Dichte, Ausdehnungskoeffizient, Wärmeleitfähigkeit, Schmelzwärme, Wärmekapazität, Feuchtigkeit, Temperatur</li> </ul>
Herstellungs- art	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Morphologie</i>: Form, Kornfraktion, mittlerer Durchmesser</li> </ul>
Pulver- behandlung	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Zuführung</i>: Pulverzufuhrsystem, Ort der Injektion, Durchmesser des Injektors</li> </ul>

schaften. Trotzdem werden je nach Herstellungsverfahren unterschiedliche Pulvermorphologien erzeugt und damit die Eigenschaften wie Partikelgröße, Partikelform, Kornfraktion, Fließbarkeit oder Dichte variiert. Auf diese Weise werden auch die Schichteigenschaften beeinflusst, da die Pulvereigenschaften beispielsweise einen starken Einfluss auf das



**Tab. 2.2:** Übersicht der Einflussgrößen beim Plasmaspritzen (Teil II) [9, 12, 16].

Substrat	
Aufbereitung	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Chemisch</i>: Zusammensetzung, Homogenität, Mikrostruktur</li> <li>• <i>Physikalisch</i>: Schmelzpunkt, Dichte, Ausdehnungskoeffizient, Wärmeleitfähigkeit, Schmelzwärme, Wärmekapazität, Härte</li> </ul>
Proben-vorbereitung	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Morphologie</i>: Entfettung [sic], Rauheit, Bauteilgeometrie</li> <li>• <i>Maskierung</i>: Material, Wärmeabfuhr</li> </ul>
Proben-handhabung	<ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>Probenhalterung</i>: Geometrie, thermische Masse, Wärmeabfuhr</li> <li>• <i>Kühlung</i>: Kühlmittel, Temperatur, Vorheizung, Düsenanordnung</li> <li>• <i>Nachbehandlung</i>: mechanische Nachbearbeitung, Wärmebehandlung, Verdichtung, Versiegelung, Einschmelzvorgang</li> </ul>

**Abb. 2.8:** Oberflächenstruktur von (a) agglomeriert-gesinterten und (b) plasmaverdichteten, keramischen Pulvern [9].

Aufschmelzverhalten der Partikel aufweisen und daher Veränderungen bezüglich der Partikeltemperatur im Flug bewirken [2, 9].

Aufgrund von begrenzten Ressourcen können in thermischen Spritzbetrieben in vielen Fällen nur bestimmte Einflussgrößen variiert werden, da viele Parameter nicht oder nur mit großem Aufwand beein-

flussbar sind. Die beeinflussbaren Faktoren beschränken sich aus diesem Grund hauptsächlich auf die veränderlichen Anlagenparameter sowie die Eigenschaften des verwendeten Zusatzequipments wie Plasma-brenner, Kühlsystem, Pulver oder den Bauteileigenschaften. Eine Aufstellung der wichtigsten Steuergrößen beim Plasmaspritzprozess nach Frank [20] ist in Tabelle 2.3 dargestellt. Sie enthält zusätzlich die Zielgrößen, welche durch Variation der betreffenden Prozessparameter verändert werden können.

In der betrieblichen Praxis werden vor allem die Anlagenparameter wie Stromstärke, Pulvermassenstrom oder die Plasma- und Trägergase zur gezielten Beeinflussung der Schichteigenschaften verwendet, da sich diese Größen in Echtzeit im laufenden Betrieb und ohne aufwendige konstruktive Veränderungen an der Anlage variieren lassen [28].

### 2.3.2 Störgrößen und Prozessstabilität

Die Ermittlung von optimalen Arbeitsbereichen für die Anlagenparameter ist mit einem großen Ressourcenaufwand verbunden. Neben den erzeugten Schichteigenschaften ist jedoch auch die Prozessstabilität ein wichtiger Faktor. Sie ist abhängig von den im Prozess auftretenden Störgrößen, welche die Streuung des Prozesses und damit die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse beeinflussen.

#### **Störgrößen**

Eine Aufstellung von möglichen Störgrößen und den damit verbundenen Auswirkungen auf den Beschichtungsprozess ist in Tabelle 2.4 und 2.5 dargestellt [2]. Viele der beschriebenen Störgrößen sind schwer bis gar nicht erfassbar und lassen sich nur unter großem Aufwand beeinflussen. Zu diesen Größen zählen unter anderem der Verschleiß der Brennerkomponenten (Elektroden, Injektoren), der Zustand der Substratoberfläche (Verunreinigungen, Adsorbate) oder Schwankungen der Pulvereigenschaften [2, 12]. Zum besseren Verständnis werden die Ur-

**Tab. 2.3:** Übersicht der Steuergrößen beim Plasmaspritzprozess [20].

Bereich	Parameter	Unmittelbarer Einfluss auf
Anode (Düse)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Düsenform</li> <li>• Düsenlänge und -durchmesser</li> </ul>	Plasmageschwindigkeit, Plasmatemperaturverteilung, Lichtbogenlänge
Pulverinjektion	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Injektoranzahl, -durchmesser, -positionierung</li> <li>• Pulverfördertrate</li> <li>• Trägergasfluss</li> </ul>	Fördermenge, Partikelflugbahnen, Partikelaufschmelzung
Leistung	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Lichtbogenstromstärke</li> </ul>	Plasmaenergie, Viskosität
Plasmagase	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Gaszusammensetzung, -volumenstrom</li> <li>• Drallwinkel</li> </ul>	Enthalpie, Wärmeleitung, Viskosität, Plasmagasgeschwindigkeit, Lichtbogenrotation
Kühlung	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Kühlmittel</li> <li>• Kühlmitteltemperatur, -durchfluss, -eingangsdruck</li> </ul>	Brennereffizienz, -standzeit
Spritzabstand	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Spritzabstand</li> </ul>	Partikelgeschwindigkeit, -temperatur, Substraterwärmung
Atmosphäre	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Druck</li> <li>• Zusammensetzung</li> </ul>	Plasmaenergiedichte, -geschwindigkeit, chemische Reaktion und Wechselwirkungen im Plasma
Substrat	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Werkstoff</li> <li>• Abmessungen</li> <li>• Oberflächenbeschaffenheit</li> <li>• Temperatur</li> </ul>	Partikelausbreitungsverhalten, Partikelabkühlverhalten, Schichtausbildung

sachen für Prozessabweichungen von Schneider et al. [2] in Anlehnung an das *Shewhart-Prozessmodell* in vier Kategorien eingeteilt:

- zufällige Einflussgrößen
- systematische Einflussgrößen
- Prozessverschiebungen
- unsichere Qualitätssicherungsverfahren

Prozessvariationen aufgrund von *zufälligen Einflussgrößen* (Englisch: Common Causes) setzen sich aus einer Vielzahl einzelner Störgrößen zusammen, von denen bekannt ist, dass sie auf den Prozess wirken, aber deren Einfluss auf das Produkt im Einzelnen nicht quantifizierbar ist. Ihre Auswirkungen auf die Prozessstabilität lassen sich nur mit speziellen Tests ermitteln, wobei durch Variation von Einzelparametern die Auswirkungen auf die Zielgrößen quantifiziert werden. Beispiele beim thermischen Spritzen sind die Verteilung der Feinanteile im Pulverlot (Kornfraktion), Temperaturschwankungen in der Werkhalle oder Fluktuationen im Lichtbogen. Der Einfluss zufälliger Einflussgrößen auf den Fertigungsprozess lässt sich nur bis zu einem bestimmten Niveau vermeiden. Aufgrund der Vielzahl an Einzelfaktoren ergibt sich für die aufsummierten Schwankungen jedoch eine zufällige Prozessstreuung, die mithilfe statistischer Methoden in Grenzen berechenbar ist [2].

*Systematische Einflussgrößen* (Englisch: Special Causes) sind im Gegensatz dazu statistisch nicht vorhersehbar, da sie auf Betriebsstörungen, Justierfehler oder andere externe Faktoren zurückgehen. Beispiele hierfür sind unter anderem Plasmagasverunreinigungen, eine instabile Energieversorgung oder Montagefehler des Brenners. Sie haben einen großen Einfluss auf die Prozessstabilität und sollten daher minimiert werden. Geeignete Maßnahmen sind die regelmäßige Kalibrierung aller Mess- und Steuereinrichtungen, der Einsatz von Diagnosesystemen und der vorbeugende Austausch von Verschleißteilen.

Neben den systematischen Einflussgrößen können *Prozessverschiebungen* einen starken Einfluss auf die Prozessergebnisse ausüben. Dabei

**Tab. 2.4:** Übersicht wichtiger Störgrößen und der induzierten Einflüsse auf den Beschichtungsprozess (Teil I) [2].

System	Teilsystem	Prozessvariation durch	Prozesseinfluss
Elektroden	Anode (Düse)	Verschleiß an der Innenwand	Spannungsabfall induziert Partikelparameterveränderung
	Kathode	Erosion	Verunreinigung der Beschichtung durch Kathodenmaterial; Partikelparametervariation durch Energiefluktuation
Gasversorgung	Durchflussmengenregelung	instabile Gasversorgung	Variation der Partikelparameter
	Gasverteiler-ring	falsche Auswahl: zu hohe Gasverwirbelung und Partikelverteilung	instabile Beschichtungsqualität an den Rändern des Spritzflecks
Pulver	Qualitätskontrolle	Abweichungen bei Kornfraktion, Dichte und Fließfähigkeit	Fluktuation bei Schichtdicke und Mikrostruktur; Spritzer und zugesetzte Injektoren
	Pulvervorbereitung	Feuchtigkeit und Entmischung des Pulvers	Oxidbildung; variierende Schichtdicke
	Pulverförderer	Entmischung des Pulvers	variierende Schichtdicken
	Pulverschläuche	Vibrationen, Schlauchbefestigung	Veränderung der Partikelparameter
	Injektoren	zugesetzte Injektoren und Spritzer; Injektorverschleiß	Partikelparameterveränderung und vorzeitige Wartung

**Tab. 2.5:** Übersicht wichtiger Störgrößen und der induzierten Einflüsse auf den Beschichtungsprozess (Teil II) [2].

System	Teilsystem	Prozessvariation durch	Prozesseinfluss
Roboter	Brennerbewegung	Beschleunigung beeinflusst Injektion; Versatz, Rückschlagwirkung und ungenügende Steifigkeit der Brennerhalterung	Variation der Schichtdicke und Partikelparameter
Energieversorgung	Stabilisierungssysteme	Lichtbogenfluktuationen	Variation der Partikelparameter
Maskierung und Halterung	Halterung	thermische Deformierung, Lagerspiel	Variation der Schichtdicke im Übergang

handelt es sich um Effekte, die über einen längeren Zeitraum auftreten und daher in Kurzzeitversuchen nicht ermittelbar sind. Beispielsweise wird beim Beschichten die Substrattemperatur der Bauteile über die Zeit durch konstante Wärmeeinbringung erhöht. Dies kann zu Unterschieden in der Mikrostruktur und den Beschichtungseigenschaften führen. Weitere Beispiele sind die Veränderung von Plasma- und Trägergasvolumenströmen über die Zeit aufgrund von Verschleiß und Kalibrierungsabweichungen oder die langsame Temperaturveränderung des Kühlwassers. Von vielen Autoren wird der Elektrodenverschleiß als einer der wichtigsten Gründe für Prozessverschiebungen beim Plasmaspritzen angesehen. Dieser wird durch die Erosion von Anode und Kathode ausgelöst, wodurch ein Leistungsabfall verbunden mit einer Veränderung der Schichteigenschaften bewirkt wird (siehe Kapitel 2.3.3).

Sehr spezifisch für thermische Spritzprozesse sind neben Prozessverschiebungen die teilweise *unsicheren Qualitätssicherungsmethoden*. Dar-

unter sind die in vielen Fällen starken messmittelbedingten Schwankungen bei der Ermittlung von Schichteigenschaften zusammengefasst. Diese können aufgrund von variierenden Messergebnissen eine Anpassung des Prozesses als notwendig erscheinen lassen. Der dadurch induzierte Eingriff bewirkt reale Effekte auf die Produktqualität des Bauteils. Zu den unsicheren Messmethoden gehört beispielsweise die Ermittlung der Schichtdicke mit dem Wirbelstrommessverfahren oder die Porositätsmessung mithilfe optischer Bildanalyse [2].

Neben den explizit genannten Störgrößen ist beim thermischen Spritzen die Instandhaltung und Wartung der Anlagen als wichtiger Faktor für die Prozessstabilität hervorzuheben. Leichte Schwankungen aufgrund von Mängeln in diesem Bereich gehören grundsätzlich zu den zufälligen Einflussgrößen, können jedoch im Fall eines Ausfalls oder einer Störung auch als systematischer Einfluss betrachtet werden. Insgesamt ist dabei ein systematisches und vorausschauendes Vorgehen zu empfehlen, bei dem unterschiedliche Wartungsintervalle und Strategien für verschiedene Komponenten (Kern-, Schlüssel- und periphere Komponenten) zur Optimierung der Ressourcen zum Einsatz kommen [2, 19].

### **Prozessstabilität und Prozessfähigkeit**

Die Stabilität eines Prozesses kann mithilfe von Prozessfähigkeitsindizes quantifiziert werden, welche sich aus der Toleranzbreite, der Prozessstreibreite und der Lage des Prozessmittelwertes ermitteln lassen (vgl. Kapitel 3.1.1). Die in der Literatur genannten SixSigma-Anforderungen an die Prozessfähigkeitsindizes sind jedoch hauptsächlich im Hinblick auf klassische Produktionsprozesse entwickelt worden und daher nur bedingt auf thermische Spritzprozesse wie das Plasmaspritzen anwendbar. Dies ist unter anderem auf die komplexe Herstellungsmethodik in Kombination mit einer Vielzahl an Einflussgrößen (vgl. Kapitel 2.3.1) zurückzuführen, wodurch relativ starke Schwankungen im Vergleich zu den hohen Anforderungen (Toleranzgrenzen) hervorgerufen werden. Schneider et al. [2] führen dazu eine Beispielrechnung

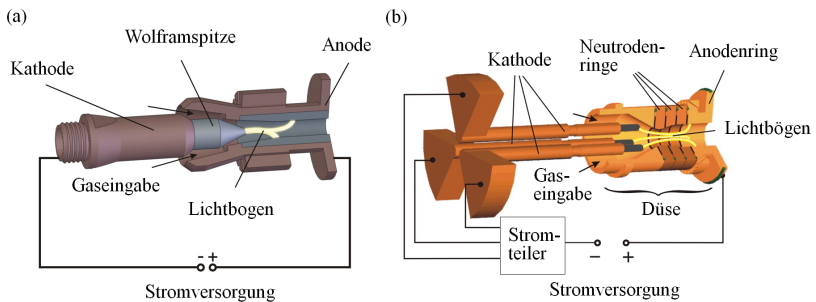
anhand der Schichtdicke einer MCrAlY-Beschichtung durch. Darin ermitteln sie aufgrund von Abweichungen durch komplexe Bauteilgeometrien, Pulver- und Lichtbogenschwankungen, Elektrodenverschleiß und Messmittlungenauigkeiten eine um Größenordnungen reduzierte Prozessfähigkeit im Vergleich zu den SixSigma-Anforderungen. Ein weiterer Grund für die niedrige Prozessfähigkeit liegt in den teilweise starken Prozessverschiebungen, die beim thermischen Spritzen auftreten können und in vielen Fällen nicht vermeidbar sind. Sie bewirken, dass die Prozessstabilität zusätzlich vom betrachteten Zeitraum oder der Anzahl der prozessierten Bauteile abhängig ist, da sich beispielsweise der Mittelwert der Verteilung eines Merkmals über die Zeit verschieben kann. Dies führt dazu, dass es bezüglich der Langzeitstabilität des Prozesses sinnvoll sein kann, das Toleranzband nicht zentriert um den Mittelwert eines Merkmals anzuordnen, sondern versetzt in Richtung der Prozessverschiebung. Damit reduzieren sich die durchschnittlichen Abweichungen über die komplette Prozesszeit, auch wenn beispielsweise die Fähigkeit des Prozesses zu Beginn der Prozessverschiebung negativ beeinflusst werden kann [2].

Im Gegensatz zu Prozessverschiebungen über mehrere Stunden treten Lichtbogenschwankungen im Kilohertzbereich auf. Sie sind ein weiterer Grund für die niedrige Prozessfähigkeit beim Plasmaspritzen und waren daher in der Vergangenheit das Ziel intensiver Forschungen. Trotzdem kann das Verhalten des Lichtbogens bis heute nicht mit der für die praktische Anwendung erforderlichen Genauigkeit erklärt werden. Durch Längenänderung, periodische Neuzündung und die Bewegung des Plasmabogens werden Spannungsschwankungen von bis zu 40 % hervorgerufen. Die Fluktuationen bewirken eine starke Variation der axialen, radialen und rotatorischen Kräfte im Plasmastrahl. Diese Schwankungen werden direkt auf die Partikel übertragen und sind schwer berechenbar, da die Verweilzeit der Partikel im Plasmastrahl nur  $\Delta t = 1 - 2$  ms beträgt, während die Pulsationen des Lichtbogens im Bereich von  $t_{\text{puls}} = 0,1 - 0,3$  ms liegen. Damit kann das gleiche Partikel



während der Flugphase von unterschiedlichen Plasmapulsen beschleunigt und aufgewärmt werden [2]. Im Allgemeinen wird davon ausgegangen, dass sich die Fluktuationen im Plasma aufgrund der hohen Frequenz ausgleichen und eine weitestgehend konstante Energieübertragung gewährleistet ist [4]. Es wurden jedoch Schwankungen der Partikeltemperatur und -geschwindigkeit im Nanosekundenbereich von bis zu  $\Delta T = 600^\circ\text{C}$  und  $\Delta v = 200 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  ermittelt [2, 37].

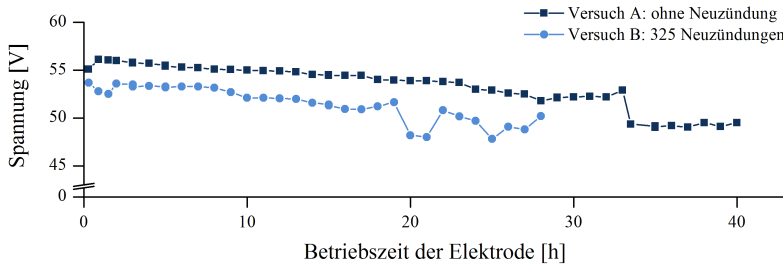
Um diese Fluktuationen zu reduzieren, werden zunehmend Mehranoden- und Mehrkathoden-Brenner eingesetzt, bei denen durch Aufteilung der Energie auf mehrere Lichtbögen die Schwankungen verringert werden sollen. In Abbildung 2.9a ist beispielhaft der Aufbau eines Einlichtbogensystems (Typ: F4 von Sulzer Metco) dargestellt. Im Gegensatz dazu verfügen Mehrkathodenbrenner (Abbildung 2.9b, Typ: Triplex von Sulzer Metco) oder Mehranodenbrenner wie der DeltaGun (Hersteller: GTV) über drei statt nur einen Lichtbogen, die von drei Kathoden bzw. Anoden generiert werden. Im Vergleich zum Standard F4-Brenner sind damit höhere Leistungen von mehr als 150 kW und aufgrund der drei Lichtbögen theoretisch eine höhere thermische Effizienz möglich. Trotz der objektiven Vorteile haben sich diese Brennersysteme in der Praxis bis jetzt in vielen Industriebereichen des thermischen Spritzens noch nicht flächendeckend durchgesetzt [19, 30, 31, 54].



**Abb. 2.9:** Aufbau eines (a) F4-Einlichtbogensystems und (b) Triplex-Mehrkathodenbrenners [54].

### 2.3.3 Elektrodenverschleißinduzierte Prozessverschiebungen

Mit zunehmender Betriebslaufzeit von Kathode und Anode (Düse) ist aufgrund des Verschleißes an den Elektroden ein Abfall der Spannung zu beobachten [56,58,60]. Abbildung 2.10 zeigt beispielhaft den Spannungsverlauf beim atmosphärischen Plasmaspritzprozess für zwei Elektrodenpaare, wobei Versuch A den Verlauf ohne Neuzündung und Versuch B den Verlauf mit 325 Neuzündungen über der Elektrodenlaufzeit darstellt. Die Betriebslaufzeit von 40 Stunden wird dabei als Standard für die Elektrodenlebensdauer beim F4-Plasmapbrenner angenommen [57].



**Abb. 2.10:** Beispielhafter Abfall der elektrischen Spannung in zwei Langzeitversuchen über 40 Betriebsstunden, (a) ohne Neuzündung und (b) mit 325 Neuzündungen [57].

Beide Verläufe zeigen nach einer unruhigen Einlaufphase von circa zwei Stunden einen relativ linearen Spannungsabfall, bis zu einem plötzlichen Bruch, ab dem der Spannungsverlauf sprunghaft abfällt. Dieser Zeitpunkt ist in beiden Versuchen eindeutig erkennbar, auch wenn er bei Versuch A (ohne Neuzündung) ungefähr 14 Betriebsstunden später auftritt als bei Versuch B. Andere Autoren beobachten teilweise einen abweichenden Verlauf [58] und zeigen damit, dass der Spannungsabfall und dessen Geschwindigkeit von den verwendeten Elektroden abhängig ist. Dieser wird außerdem von den Anlagenparametern, insbesondere

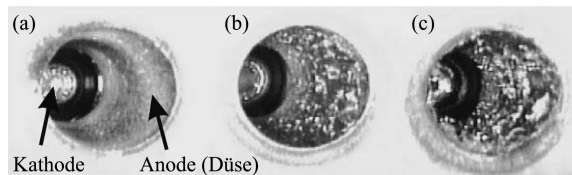
der Stromstärke und den Plasmagasen, beeinflusst (vgl. Kapitel 2.3.4). Zum besseren Verständnis lässt sich die Gesamtlaufzeit der Elektroden nach Moreau et al. [58] anhand des Spannungsabfalls in drei Bereiche unterteilen:

Bereich I: unregelmäßiger, teilweise konstanter Spannungsverlauf

Bereich II: kontinuierlich fallender Spannungsverlauf

Bereich III: unregelmäßige Spannungsschwankungen

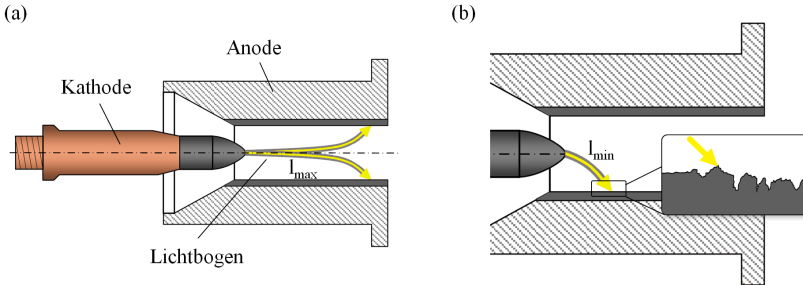
Die Autoren beschreiben für die untersuchten Elektroden einen Wert von 12 Stunden für den Übergang zu Bereich II und ein Wert von 45 Stunden für den Übergang zu Bereich III. In Abbildung 2.11 ist der Kathoden- und Düsenverschleiß eines Elektrodenpaares nach 6, 33 und 55 Betriebsstunden dargestellt. Daran ist klar zu erkennen, wie unterschiedlich der Verschleiß in den drei Bereichen ausfallen kann und wie er sich auf die Oberfläche von der Kathodenspitze und dem Düseninneren auswirkt [58].



**Abb. 2.11:** Oberflächenverschleiß an Anoden- und Kathodenoberfläche nach (a) 6, (b) 33 und (c) 55 Betriebsstunden [58].

Die Ursache liegt im fluktuierenden Lichtbogen, der den Verschleiß der Elektroden durch minimale Aufschmelzungen am wandernden Lichtbogenfußpunkt hervorruft. Dadurch werden kontinuierlich die Kathodenspitze und das Düseninnere beschädigt und es bilden sich Oberflächenunebenheiten. An diesen Punkten kann sich der Lichtbogen im weiteren Prozessverlauf einfacher bilden, wodurch der Verschleiß beschleunigt wird (Abbildung 2.12). Das verfrühte Ansetzen des Lichtbogens an den Oberflächenunregelmäßigkeiten der Düse führt zur Redu-

zierung der Lichtbogenlänge  $l$  ( $l_{\max} \rightarrow l_{\min}$ ) und damit zu einer Reduktion der elektrischen Spannung  $U$  ( $U_{\max} \rightarrow U_{\min}$ ). Sobald ein kritisches Verschleißniveau überschritten ist, verringert sich zudem die Rotation des Lichtbogens, wodurch dieser nur noch an bestimmten Punkten im Düseninneren ansetzt (Abbildung 2.12b).

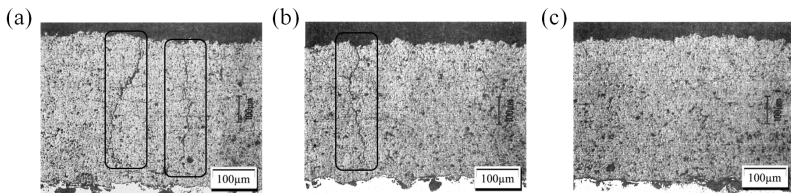


**Abb. 2.12:** Verkürzung der Lichtbogenlänge zwischen Kathode und Anode aufgrund des Elektrodenverschleißes: (a) neue Elektroden, (b) mit Elektrodenverschleiß (vgl. [55]).

Der Elektrodenverschleiß führt zu teilweise drastischen Veränderungen der Plasma- und Partikeleigenschaften. Diese werden durch verstärkte Spannungsfluktuationen und eine Verringerung der elektrischen Leistung hervorgerufen, welche durch den Spannungsabfall in Verbindung mit einer stromstärkengeregelten Beschichtungsanlage verursacht wird. Die Reduzierung der Plasmaleistung hat einen direkten Einfluss auf die Partikeleigenschaften wie Temperatur und Geschwindigkeit. Beispielsweise beschreiben Leblanc et al. [58] neben einer Veränderung der Verteilung im Plasmastrahl zusätzlich einen Abfall von  $\Delta T = 200\text{ °C}$  und  $\Delta v = 30\text{ m/s}$  über eine Betriebslaufzeit von 45 Stunden. Die verringerte Partikeltemperatur ist dabei direkt auf den Abfall der Plasmaenergie aufgrund der reduzierten Leistung zurückzuführen, während die Partikelgeschwindigkeit unter anderem durch den geringeren Ionisationsgrad des Plasmas und damit eine verringerte Gasexpansion verursacht wird [4,12,58].

Neben dem Brennerdesign, der Kühlung und den verwendeten Elektroden sind die Anlagenparameter ein wichtiger Einflussfaktor auf den Elektrodenverschleiß. So bewirkt beispielsweise bei Verwendung eines Argon–Wasserstoff–Gemisches als Plasmagas die Erhöhung des Sekundärgases eine stärkere Einschnürung des Lichtbogens und damit eine höhere lokale Belastung der Elektroden. Dies kann zu einem beschleunigten Verschleiß von Kathode und Düse führen [19]. Ein Mindestwasserstoffanteil ist jedoch aufgrund der im Vergleich zum Argon signifikant höheren Wärmeleitung auf die Partikel erforderlich, auch wenn sich damit die Fluktuationen im Plasma erhöhen. Je nach Autor wird der maximale Wasserstoffanteil im Plasmagas mit 15 % bis 30 % angegeben [2, 4, 19].

Die Veränderungen im Plasma- und Partikelstrahl über die Elektrodenlaufzeit wirken direkt auf die Zielgrößen der Beschichtung. So kann sich beispielsweise die Spritzeffizienz signifikant reduzieren, während eine Erhöhung der Porosität zu beobachten ist [56, 58]. Leblanc et al. [56] zeigen die mikrostrukturellen Veränderungen in der Spritzschicht anhand von  $\text{ZrO}_2$ –7 Ma.-%- $\text{Y}_2\text{O}_3$ -Beschichtungen, die nach Elektrodenlaufzeiten von 3, 10 und 37 Stunden hergestellt wurden (Abbildung 2.13).



**Abb. 2.13:** Veränderung der Schichtstruktur einer  $\text{ZrO}_2$ –7 Ma.-%- $\text{Y}_2\text{O}_3$ - Beschichtung über die Elektrodenlaufzeit: nach (a) 3, (b) 10 und (c) 37 Betriebsstunden [56].

Dabei sind sehr unterschiedliche Spritzergebnisse zu beobachten. So enthält die Beschichtung nach (a) 3 Stunden vertikale Risse in der Schichtstruktur, während diese nach (b) 10 Stunden stark reduziert

und nach (c) 37 Stunden nicht mehr vorhanden sind. Dies könnte unter anderem auf ein verändertes Partikelaufschmelzniveau, verbunden mit einer variierenden Partikelverformung auf dem Substrat hindeuten und die Lebensdauer der Schichten aufgrund unterschiedlicher Elastizitätskoeffizienten bzw. Zug- und Druckspannungen beeinflussen [56].

Der Elektrodenverschleiß stellt damit eine wichtige Störgröße beim atmosphärischen Plasmaspritzen dar. Trotzdem gibt es nur wenige detaillierte Veröffentlichungen mit Langzeitversuchen zu den Effekten auf die Beschichtungsergebnisse. Da die Veränderungen im Plasmaspritzprozess über die Betriebslaufzeit der Elektroden trotz konstanter Anlagenparameter auftreten, ist der Spannungsabfall in vielen Fällen der einzige Indikator für das Verschleißniveau der Elektroden. Aufgrund der stark variierenden Spannungsabfälle ist diese Vorgehensweise jedoch oft unzureichend, weil erst nachträglich die zu geringe Spritzeffizienz oder veränderte Mikrostruktur festgestellt wird. In diesem Fall kann eine Online-Prozesskontrolle eine zusätzliche Informationsquelle darstellen. Mit einigen Messsystemen ist beispielsweise die Veränderung der Partikeleigenschaften in Echtzeit ermittelbar, um den Auswirkungen des Elektrodenverschleißes frühzeitig entgegen wirken zu können.

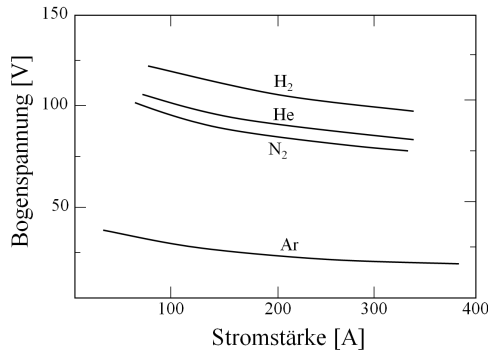
Abschließend ist an dieser Stelle festzuhalten, dass der atmosphärische Plasmaspritzprozess nach aktuellem Stand der Technik selbst unter Optimalbedingungen nicht vollständig beherrschbar ist, da insbesondere bei der Herstellung von keramischen Beschichtungen ein starker Einfluss von Trends über die Elektrodenlaufzeit auftritt. Je nach Art und Ausmaß dieser Störgrößen ist der Prozess daher nur bedingt geeignet, um kontinuierlich gleichbleibende Prozessergebnisse zu erzeugen.

### **2.3.4 Physikalische Effekte bei Variation ausgewählter Einflussgrößen**

Die grundlegenden Zusammenhänge der Energieübertragung beim atmosphärischen Plasmaspritzprozess sind bereits in Kapitel 2.2.3 aus-

föhrlich beschrieben worden. Im Folgenden werden die Auswirkungen bei Veränderung spezifischer Einflussgrößen auf Basis der zugrunde liegenden physikalischen Effekte erläutert. Im Anschluss erfolgt eine literaturbasierte Aufstellung der Auswirkungen von Steuergrößenvariationen auf ausgewählte Partikel- und Beschichtungseigenschaften.

Eine der wichtigsten Kenngrößen im Gesamtsystem des Prozesses stellt die Lichtbogenenergie dar. Diese kann unter Verwendung der Steuergrößen variiert werden, um beispielsweise über eine Erhöhung der Plasmaenergie ein erhöhtes Aufschmelzniveau der Partikel zu bewirken. Dies ist unter anderem durch eine Steigerung der elektrischen Stromstärke möglich, die aufgrund der geringen Auswirkungen auf die Lichtbogenspannung einen direkten Einfluss auf die elektrische Leistung aufweist. Durch Erhöhung der Leistung wird dem Prozess mehr thermische Energie zugeführt, wodurch der Ionisationsgrad des Plasmagases und damit die Plasmatemperatur steigt. Die erhöhte thermische Energie führt weiterhin über eine stärkere Expansion des Plasmagases zu einer höheren Plasma- und Partikelgeschwindigkeit [4, 19]. Neben der Variation der Leistung, kann der Prozess auch durch Variation des primären oder sekundären Plasmagasvolumenstromes beeinflusst werden. Bei Verwendung eines Argon–Wasserstoff–Gemisches als Plasmagas, führt beispielsweise eine Steigerung des Wasserstoffverhältnisses, aufgrund der höheren Wärmeleitfähigkeit des Wasserstoffes im Vergleich zum Argon, zu einer besseren Wärmeübertragung der thermischen Energie im Plasma auf die Pulverpartikel [19]. Damit werden höhere Partikeltemperaturen und eine verbesserte thermische Effizienz des Spritzprozesses bewirkt. Die steigende Wärmeleitfähigkeit des Plasmagases induziert weiterhin eine stärkere Abgabe der Lichtbogenenergie, wodurch eine erhöhte elektrische Feldstärke und eine steigende Lichtbogenspannung bewirkt wird [14]. Aus diesem Grund ergeben sich durch Erhöhung des Anteils von Molekülgasen wie Wasserstoff und Stickstoff höhere Lichtbogenspannungen als beispielsweise für Argon (Abbildung 2.14) [14, 19, 20].



**Abb. 2.14:** Lichtbogenspannung in Abhängigkeit des verwendeten Plasmagases [14].

Eine Regelung auf Basis der Spannung bzw. Leistung (vgl. Kapitel 3.3.1) kompensiert daher die elektrodenverschleißinduzierten Effekte nur indirekt: Der Spannungsabfall wird durch einen verkürzten Lichtbogen verursacht (vgl. Kapitel 2.3.3), aber durch eine Veränderung der Wärmeleitfähigkeit des Plasmagases (Erhöhung des Wasserstoffanteils) und damit eine erhöhte Wärmeübertragung kompensiert.

### Effekte der Steuergrößen auf ausgewählte Partikel- und Beschichtungseigenschaften

Die Auswirkungen bei der Variation der Steuergrößen können mithilfe statistischer Versuchspläne ermittelt werden. Die Zusammenhänge variieren jedoch stark in Abhängigkeit vom verwendeten Anlagensystem, Brennertyp und Spritzpulver. Dennoch lassen sich grundsätzliche Trends ableiten und in vielen Veröffentlichungen werden die Effekte bei Veränderung von verschiedenen Steuergrößen beschrieben. Dabei werden überwiegend die direkt veränderlichen Anlagenvariablen wie Stromstärke, Pulvermassenstrom oder Plasma- und Trägergasvolumenströme variiert. Diese werden teilweise ergänzt um den Spritzabstand oder die Pulverfraktion [28,29,32,33,35]. Untersucht werden zum einen

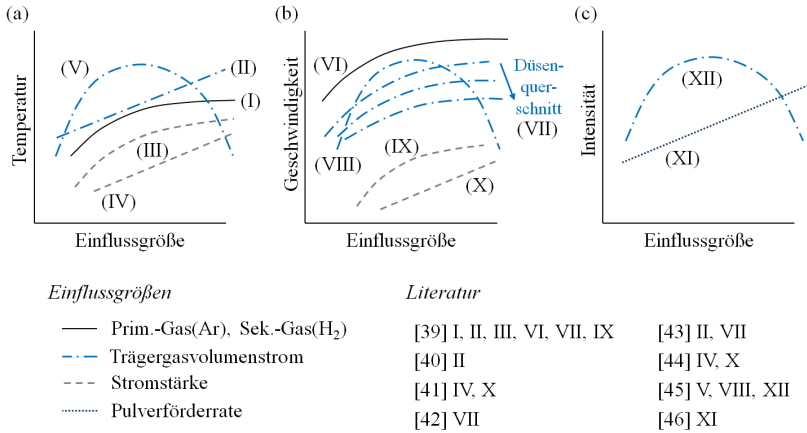


der Einfluss auf die Partikelparameter wie Temperatur, Geschwindigkeit oder Intensität und zum anderen die Auswirkungen auf die Zielgrößen der Beschichtung wie Spritzeffizienz und Porosität. Die Partikelintensität stellt dabei einen integralen Kennwert für die Helligkeit des Spritzstrahls im Messbereich dar und kann als Menge der aufgeschmolzenen Teilchen interpretiert werden (vgl. Kapitel 3.2.2).

Ein Auszug der in der Literatur beschriebenen Zusammenhänge zwischen ausgewählten Einfluss- und Zielgrößen ist im Folgenden dargestellt. Dabei wurden die Abhängigkeiten auf Basis einer umfangreichen Literaturrecherche in qualitativen Diagrammen zusammengefasst. Es ist zu beachten, dass eine Verallgemeinerung der dargestellten Einflüsse auf alle Arbeitsbereiche der Anlagenparameter nicht möglich ist. Dies ist darauf zurückzuführen, dass thermische Spritzprozesse über den kompletten Steuergrößenbereich unterschiedlichen Zusammenhängen unterworfen sind. Bei Untersuchungen werden im Nahbereich um einen spezifischen Arbeitspunkt andere Ergebnisse erzielt, als über die komplette Bandbreite des Parameters. Aus diesem Grund wurden teilweise unterschiedliche qualitative Zusammenhänge in der Literatur ermittelt. Dies könnte jedoch auch auf das unterschiedliche Anlagensetup und Spritzequipment zurückzuführen sein. Daher müssen in jedem thermischen Spritzbetrieb eigene Versuchsreihen zur Ermittlung der spezifischen Zusammenhänge zwischen den Parametern durchgeführt werden. Die in den Grafiken dargestellten Tendenzen können jedoch als Anhaltspunkt für die Entwicklung der Versuchsreihen eingesetzt werden.

Trotz der kontroversen Diskussionen werden die Partikeleigenschaften von den meisten Autoren immer noch als einer der erfolgversprechendsten Ansätze zur Abschätzung der Beschichtungsqualität angesehen [28, 36, 37]. Dies ist darauf zurückzuführen, dass insbesondere die Partikeltemperatur und -geschwindigkeit erwiesenermaßen einen starken Einfluss auf die resultierende Schichtstruktur hat [28, 53]. In Abbildung 2.15 sind die Partikelgrößen Temperatur, Geschwindigkeit

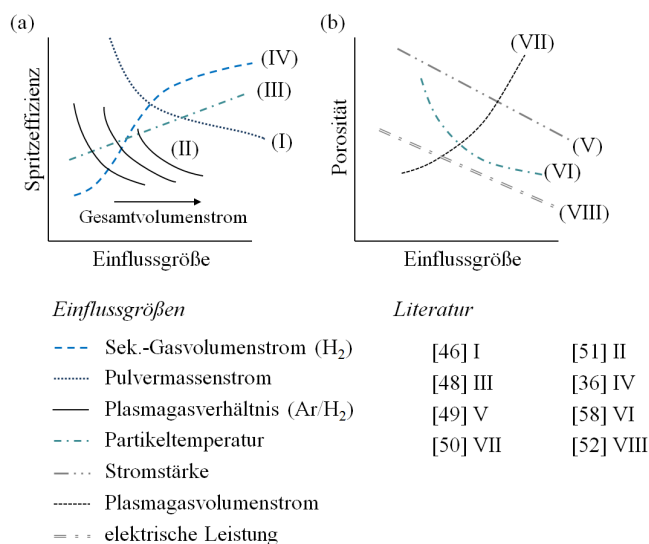
und Intensität in Abhängigkeit der oben genannten Steuergrößen dargestellt.



**Abb. 2.15:** Auswirkungen ausgewählter Steuergrößen auf die Partikelparameter  
(a) Temperatur, (b) Geschwindigkeit und (c) Intensität.

In den betrachteten Arbeitsbereichen der Faktoren zeigen sich wie erwartet für alle drei Partikelgrößen teilweise unterschiedliche Verläufe. So sind beispielsweise je nach Quelle für die Temperatur und Geschwindigkeit lineare oder quadratische Verläufe in Abhängigkeit von der Stromstärke ermittelt worden. Beim Trägergas sind hingegen in allen drei Grafiken glockenförmige Verläufe dargestellt. Dies ist darauf zurückzuführen, dass Vaidya [45] eine Einfachinjektion verwendet und sich damit ein optimaler Trägergasvolumenstrom („Sweet Spot“) bezüglich der drei Zielgrößen ergibt. Auf die Verwendung einer alternativen Injektionsart sind diese Ergebnisse jedoch nicht direkt übertragbar. Damit wird noch einmal gezeigt, wie unterschiedlich die Zusammenhänge in Abhängigkeit des verwendeten Anlagensetups ausfallen können.

Zur Untersuchung der direkten Zusammenhänge zwischen Anlagenparametern und Beschichtungszielgrößen sind in Abbildung 2.16 die Abhängigkeiten zwischen möglichen Steuergrößen und den Zielparame-



**Abb. 2.16:** Auswirkungen ausgewählter Steuergrößen auf (a) Spritzeffizienz und (b) Porosität.

tern Spritzeffizienz und Porosität dargestellt. Dabei wurde zusätzlich die Partikeltemperatur als indirekter Einflussfaktor aufgenommen, um die Auswirkungen der thermischen Energie der Partikel auf die Beschichtungszielgrößen zu beschreiben.

Es zeigen sich teilweise umgekehrt proportionale Verläufe zwischen Spritzeffizienz und Porosität. Während beispielsweise bei höheren Partikeltemperaturen tendenziell eine steigende Spritzeffizienz festgestellt wird, sinkt gleichzeitig die Porosität. Dies ist unter anderem auf eine Veränderung des Aufschmelzgrades der Partikel zurückzuführen, da eine höhere Partikeloberflächentemperatur die Spritzpartikel insgesamt schneller aufschmelzen lässt. Damit wird eine bessere Haftung der Partikel auf dem Substrat bewirkt (Spritzeffizienz) und gleichzeitig eine dichtere Schicht mit einer geringeren Porosität erzeugt (vgl. Kapitel 2.3.4).

# 3 Diagnostik und Prozesskontrolle beim thermischen Spritzen

In den letzten Jahrzehnten wurde eine Vielzahl neuer Messsysteme zur Prozessüberwachung beim thermischen Spritzen entwickelt, mit deren Hilfe das Verständnis der komplexen Prozesszusammenhänge in vielen Bereichen erweitert werden konnte. Trotz dieser Erkenntnisse bleibt es weiterhin schwierig, von den ermittelten Messgrößen auf die Beschichtungseigenschaften zu schließen. Dies ist unter anderem auf die teilweise noch unverständenen Zusammenhänge beim Schichtaufbau, aber auch auf Schwierigkeiten bezüglich der Genauigkeit und Zuverlässigkeit der Messmittel zurückzuführen [61]. Aus diesem Grund werden im Folgenden die verschiedenen Messsysteme, deren Einsatzmöglichkeiten und Grenzen erläutert. Auf der Basis werden im Anschluss die unterschiedlichen Regelungsansätze beschrieben und bewertet, um eine Auswahl bezüglich der Systeme und Methoden treffen zu können.

## 3.1 Statistische Methoden zur Prozessanalyse und -regelung

In der vorliegenden Arbeit wird eine Vielzahl an statistischen Methoden angewendet, um signifikante Aussagen über die Zusammenhänge im Beschichtungsprozess treffen zu können. In diesem Kapitel können

jedoch nicht alle Verfahren ausführlich erläutert werden. Für eine detaillierte Beschreibung der statistischen Grundlagen wird daher auf die einschlägige Fachliteratur verwiesen [15, 62–65].

### 3.1.1 Ermittlung der Fähigkeit von Prozessen

In vielen Bereichen der Industrie werden das Prozesspotenzial  $c_p$  oder die Prozessfähigkeit  $c_{pk}$  als Indikator für die Stabilität von Prozessen und deren Fähigkeit zur Reproduktion von Merkmalen verwendet. Dabei wird für die Ermittlung von  $c_p$  im Gegensatz zu  $c_{pk}$  eine zentrierte Verteilung innerhalb der Toleranzgrenzen vorausgesetzt, die in realen Prozessen nur selten vorkommt. Zur Berechnung von  $c_p$  wird die Toleranzbreite zwischen der oberen und unteren Toleranzgrenze (OTG, UTG) zur sechsfachen Standardabweichung  $\sigma$  ins Verhältnis gesetzt. Bei  $c_{pk}$  ist es der geringere Abstand des Prozessmittelwertes  $\mu$  von den Toleranzgrenzen zur dreifachen Standardabweichung [67].

$$c_p = \frac{OTG - UTG}{6\sigma} \qquad c_{pk} = \frac{\min(\mu - UTG; OTG - \mu)}{3\sigma} \quad (01, 02)$$

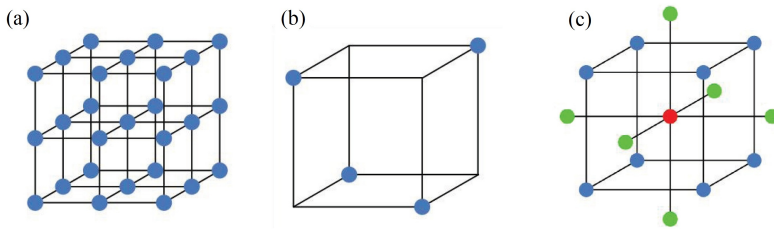
Ein  $c_{pk}$ -Wert von 1,0 (99,73 % Gutteile) ergibt sich, wenn der Abstand des Mittelwertes von der dichtesten Toleranzgrenze der dreifachen Standardabweichung entspricht. In der modernen Qualitätsbetrachtung wird jedoch mindestens  $c_{pk} = 1,33$  (99,99 % Gutteile) gefordert [66, 67].

Obwohl die Prozessfähigkeit die Reproduzierbarkeit eines Merkmals über den kompletten Fertigungsprozess unter realen Bedingungen angibt, müssen die berechneten Kennwerte teilweise mit Vorbehalt interpretiert werden. Dies ist darauf zurückzuführen, dass nur ein Kennwert ermittelt wird und es sich daher um die einseitige Betrachtung von stark reduzierten Prozessinformationen handelt. Zudem wird eine

Normalverteilung der Merkmalsdaten vorausgesetzt und es werden im Standardmodell keine Trends erfasst [68].

### 3.1.2 Statistische Versuchsplanung und Regressionsanalysen

Zur Durchführung einer Prozessregelung müssen die Auswirkungen der Steuergrößen auf den Prozess quantifiziert werden. Dazu werden diese, als Stellgrößen des Regelsystems, systematisch variiert und deren Auswirkungen auf die Regelgrößen ermittelt. Um eine systematische Vorgehensweise sicher zu stellen, kommt dabei die statistische Versuchsplanung zum Einsatz, wobei verschiedene Ansätze gewählt werden können. Bei klassischen vollfaktoriellen Versuchsplänen (Abbildung 3.1a) wird jedes Niveau eines Faktors mit jeder Niveaukombination der anderen Faktoren kombiniert, um eine präzise Erkennung der Abhängigkeiten und Wechselwirkungen zu ermöglichen. Nachteil dieser Vorgehensweise ist jedoch die hohe Anzahl der erforderlichen Versuche, welche insbesondere bei Erhöhung der Faktoren stark zunimmt. Zudem ist ohne Versuchswiederholung keine Streuung der Ergebnisse ermittelbar [47, 69].



**Abb. 3.1:** Grafische Darstellung statistischer Versuchspläne: (a) vollfaktorieller  $3^3$ -Versuchsplan, (b) teilfaktorieller  $2^3$  Versuchsplan und (c) Box-Behnken-Versuchsplan [69]

Um den Versuchsaufwand zu reduzieren oder mehr Einflussgrößen mit den gleichen Ressourcen zu untersuchen, können teilfaktorielle Versuchspläne eingesetzt werden (Abbildung 3.1b). Diese basieren auf der

Vernachlässigung von Wechselwirkungen höherer Ordnung, wodurch sich die Anzahl der erforderlichen Versuche verringert. Je stärker die Anzahl der Versuche dabei reduziert wird, desto höher ist der Informationsverlust und die Unsicherheit, ob es sich bei einem Effekt um eine Faktorbeziehung oder Wechselwirkung höherer Ordnung handelt. Mit Hilfe spezieller Designs wird versucht, diese Nachteile zu minimieren. Neben klassischen Möglichkeiten wie Taguchi-Tabellen werden dabei spezielle Designs verwendet, die für die jeweilige Aufgabenstellung (vorheriges Prozesswissen, Linearitätsannahmen usw.) am besten geeignet sind [15]. Beispielhaft sind hier zentral zusammengesetzte Versuchspläne wie Box-Behnken-Designs (Abbildung 3.1c) genannt. Dabei handelt es sich um einen 3-stufigen teilfaktoriellen Versuchsplan, der aus einem vollfaktoriellen Versuchsplan generiert wurde und die Identifikation von zweifachen Wechselwirkungen und auch Nichtlinearitäten ermöglicht [15, 47, 69].

Zur Auswertung und Darstellung der auf Basis statistischer Versuchsplanung ermittelten Daten stellt die Regressionsanalyse ein geeignetes Mittel dar. Mit ihrer Hilfe können die funktionalen Beziehungen zwischen Steuer- und Regelgrößen ermittelt und in Form einer Regressionsfunktion dargestellt werden. Bei der linearen Einfachregression wird dabei die Beziehung zwischen einer abhängigen Variablen  $y_i$  (Regressand) und einer unabhängigen Variablen  $x_i$  (Regressor) ermittelt und in folgender Form dargestellt [62]:

$$y_i = \alpha + \beta x_i + \varepsilon_i \quad i = 1, \dots, n \quad (03)$$

Die Parameter  $\alpha$  und  $\beta$  stellen die aus den Daten berechneten Schätzwerte der Regressionskoeffizienten für die Ausgleichsgerade dar, wohingegen  $\varepsilon_i$  die Störvariablen und somit den nicht beobachtbaren oder kontrollierbaren Anteil repräsentiert. Neben der linearen Einfachregression können auch Zusammenhänge höherer Ordnung, wie quadratische, ku-

bische oder logarithmische Verläufe mithilfe von Regressionsfunktionen dargestellt werden.

In der Praxis werden häufig mehrdimensionale Probleme betrachtet, wofür die Untersuchung mehrerer Variablen beispielsweise mithilfe einer multiplen linearen Regression erforderlich ist. Dabei wird das einfache lineare Modell um  $p$  Regressionskoeffizienten mit den Schätzwerten  $\beta_0$  bis  $\beta_p$  erweitert [62]:

$$y_i = \beta_0 + \beta_1 x_{i1} + \dots + \beta_p x_{ip} + \varepsilon_i \quad i = 1, \dots, n \quad (04)$$

Zur Ermittlung der Schätzwerte wird in vielen Fällen die Methode der kleinsten Quadrate verwendet, bei der die Schätzwerte so bestimmt werden, dass die Summe der quadratischen Abweichungen zwischen der Ausgleichsfunktion und den Messwerten minimiert wird.

Als Maß für die Stärke des Zusammenhanges zwischen zwei Merkmalen  $X$  und  $Y$  kann der empirische Korrelationskoeffizient  $r$  nach Bravais-Pearson verwendet werden. Dieser setzt sich aus der empirischen Kovarianz  $s_{XY}$  und den Standardabweichungen  $s_X$  und  $s_Y$  zusammen und kann daher folgendermaßen beschrieben werden [62]:

$$r_{XY} = \frac{s_{XY}}{s_X s_Y} \quad (05)$$

Ein Wert im Bereich von  $|r| < 0,5$  gibt dabei eine „schwache Korrelation“ an, während bei  $0,5 \leq |r| < 0,8$  eine „mittlere Korrelation“ und bei  $|r| \geq 0,8$  eine „starke Korrelation“ vorliegt [62]. Eine weitere Möglichkeit zur Beschreibung des statistischen Zusammenhangs zwischen zwei Messgrößen kann mithilfe einer Varianzanalyse realisiert werden. Dazu wird die Überschreitungswahrscheinlichkeit ( $p$ -Wert) ermittelt. Für einen berechneten  $p$ -Wert von kleiner oder gleich dem geforderten Signifikanzniveau  $\alpha$  wird die Nullhypothese ( $H_0$ : „Kein Zusammenhang zwischen den Messgrößen“) verworfen und es liegt ein signifikanter Zusammenhang vor [62]. Zur Vereinfachung der Analyse



können von Statistikprogrammen Pareto-Charts ausgegeben werden. Darin sind mithilfe eines Balkendiagramms die normierten Effekte der einzelnen Einflussfaktoren auf die Zielgröße zusammengefasst. Eine rote Linie markiert die Grenze des signifikanten Einflusses.

### 3.1.3 Multivariate Regelung mit Fuzzy-Logik und künstlichen Neuronalen Netzen

Die Regelung von Systemen mit mehreren Steuer- und Regelgrößen stellt in der Praxis eine häufige Problemstellung dar, da sich reale physikalische Probleme nur selten mit jeweils einer Steuer- und Regelgröße abbilden lassen [70]. Das mehrdimensionale Regelungsverfahren basiert dennoch auf den grundlegenden Prinzipien des Standard-Regelkreises. Danach wird die zu regelnde Größe (Regelgröße) kontinuierlich erfasst, mit der zugehörigen Führungsgröße verglichen und in Abhängigkeit der Regelabweichung über die Stellgröße (Steuergröße) an die Führungsgröße angepasst. Dadurch wird die Regelabweichung minimiert, welche aufgrund von Störgrößen hervorgerufen wurde. Zentraler Bestandteil des Regelkreises ist der Regler, der auf Basis der Regelabweichung die nötige Stellgrößenveränderung ermittelt. Dabei sind verschiedene Arten von Reglern, wie beispielsweise proportional, differenzial oder integral wirkende Regler einsetzbar, die je nach Anforderung auch miteinander kombiniert werden können. Zudem gibt es viele weitere Typen von Reglern beispielsweise für nicht-lineare Systeme, bei denen mindestens eine nicht-lineare Verknüpfung in Verbindung mit linearen Funktionen auftritt [71].

Neben der Regelung mit klassischen Regelungsansätzen werden komplexe Problemstellungen zunehmend unter Verwendung von Fuzzy Logik oder künstlichen Neuronalen Netzen (kNN) bearbeitet. Beide wurden aus dem Gedanken heraus entwickelt, die Funktionsweise des menschlichen Gehirns mit mathematischen Modellen nachzubilden, um auf Basis künstlicher Modelle komplexe Entscheidungen zu treffen oder

Regelungen zu ermöglichen. Die *Fuzzy Theorie* erweitert dabei die herkömmliche digitale „1/0-Computerlogik“ um unscharfe Mengen mit einem stetigen Übergang zwischen den Zuständen „wahr“ und „falsch“. Damit wird es möglich, Entscheidungen zu treffen, selbst wenn unvollständige oder teilweise widersprüchliche Informationen vorliegen. Der Grad der Zugehörigkeit zu scharfen Mengen wird bei der Methodik über eine Funktion quantifiziert und somit Aussagen wie „x ist ungefähr 15“ oder „das Wasser ist ziemlich warm“ ermöglicht. Der Fuzzy-Regler wird regelungstechnisch mithilfe von drei Schritten umgesetzt: Bei der Fuzzifizierung wird die Zugehörigkeit der physikalischen Eingangsgrößen zu den jeweiligen „unscharfen“ Fuzzy Mengen ermittelt. Diese werden bei der Fuzzy-Inferenz anhand von vorher festgelegten Regeln ausgewertet und gewichtet, um dann bei der Defuzzifizierung aus den Fuzzy-Mengen und Zugehörigkeitsfunktionen wieder „scharfe“ verwendbare Zahlenwerte zu ermitteln [47].

*Künstliche Neuronale Netze* erweitern im Gegensatz dazu kein konventionelles System sondern bestehen aus einer Vielzahl künstlicher Neuronen, die miteinander vernetzt sind. Die Signalübertragung basiert auf Erregungsschwellwerten, welche in einer Trainingsphase anhand von Testeingangsdaten mit Input-Output-Verknüpfungen gesetzt werden. Durch die kontinuierliche Integration weiterer Sensor und Messdaten passen sich die Schwellwerte an, wodurch das Gesamtsystem „lernfähig“ ist. Somit sind kNN in der Lage, auch komplizierte, nichtlineare Zusammenhänge abzubilden. Sie kommen vor allem zum Einsatz, wenn kein oder nur wenig systematisches Wissen über ein System und die Eingangs- bzw. Ausgangsgrößen zur Verfügung steht. In der Regelungstechnik werden kNN verwendet, um herkömmliche Regler zu ersetzen oder den Reglern Sollwerte vorzugeben, die das kNN auf Basis der Analyse bisheriger über den Prozessverlauf ermittelter Input-Output-Zusammenhänge prognostiziert [72].

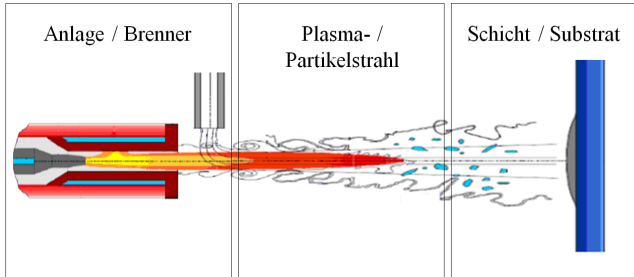
Die Vorteile beider Ansätze liegen vor allem darin, dass sich Regelungen ohne Erstellung von komplizierten Modellen umsetzen lassen.

In Zukunft könnten auch Systeme zum Einsatz kommen, welche die Fuzzy-Logik und kNN kombinieren und so die Vorteile beider Ansätze nutzen. Dabei werden den Schwellwerten des kNN Zugehörigkeitsgrade aus der Fuzzy-Regelung zugewiesen, um so einen *Neuro-Fuzzy-Regler* zu realisieren [73].

## 3.2 Verfahren und Systeme zur Prozesskontrolle

Zur Verbesserung des Verständnisses für die Prozesszusammenhänge sind Diagnostiksysteme eine wichtige Voraussetzung, da es mit ihnen möglich ist, die notwendigen Daten zu ermitteln, um die physikalischen Prozessabläufe während des Plasmaspritzens besser zu verstehen. Viele konventionelle Messverfahren können jedoch beim thermischen Spritzen nicht eingesetzt werden, da insbesondere die extremen Temperaturen, Temperaturgradienten, Plasmainstabilitäten und schnellen Änderungen der Partikeleigenschaften eine große messtechnische Herausforderung darstellen.

In den folgenden Kapiteln werden Verfahren und Systeme zur Prozesskontrolle vorgestellt. Dabei soll ein möglichst umfassender Überblick über die verfügbaren Methoden gegeben werden. Aus diesem Grund ist eine detaillierte Beschreibung der einzelnen Verfahren nicht möglich. Der Fokus liegt zudem hauptsächlich auf Online-Diagnostiksystemen zur Echtzeit-Messung von Prozessgrößen, weil diese die Basis für eine mögliche Regelung bilden können. Zur besseren Übersichtlichkeit werden die verschiedenen Diagnostikverfahren und Systeme in die drei Teilbereiche (i) *Anlagen- und Brennersensorik*, (ii) *Plasma- und Partikeldiagnostik* bzw. (iii) *Substrat- und Schichtbildungsdiagnostik* aufgeteilt (Abbildung 3.2).



**Abb. 3.2:** Teilbereiche zur Aufteilung der Diagnostikverfahren [12, 120].

### 3.2.1 Anlagen- und Brennersensorik

Im Gegensatz zur Plasma- und Partikeldiagnostik stehen für die Anlagen- und Brennersensorik eine Vielzahl an etablierten Messsystemen zur Verfügung. Aufgrund der ausgereiften Technologien werden diese daher nur relativ kurz beschrieben. Für die Überwachung der anlagentechnischen Spritzparameter haben die Hersteller ihre Beschichtungsanlagen mit Sensoriksystemen ausgestattet, mit denen fast alle Eingangs- und Ausgangsgrößen erfasst und in einem engen Toleranzband geregelt werden. Die wichtigsten Anlagenparameter stellen dabei die Gasströme und -drücke, die elektrischen Kenngrößen Stromstärke und Spannung, der Pulvermassenstrom und die Kühlleistung dar. Zudem werden kontinuierlich Sekundärgrößen wie Kühlluft oder Brennerlaufzeit ermittelt [9, 74].

Zur Erfassung und Analyse des Zustandes des Plasmabrenners bzw. der Elektroden werden die folgenden Kenngrößen und Messsysteme verwendet:

- *Brutto-/Nettoleistung:* Auf Basis einer Spannungsmessung direkt am Brenner und der verwendeten Stromstärke kann die Plasmabruttoleistung ( $P = U \cdot I$ ) bestimmt werden. Durch Abzug der Kühlleistung lässt sich daraus die Plasmanettoleistung approximieren. Alternativ ist eine *kalorimetrische Messung* der Plasma-

energie möglich, wobei die Erhöhung der Kühlwassertemperatur ermittelt und für die Berechnung verwendet wird [46].

- *Spannungsfluktuationen und Langzeitspannungsabfall*: Das System *Plasma InStability Analysis (PISA)* überwacht die Charakteristik der Spannungsfluktuationen im kHz-Bereich sowie des langfristigen Spannungsabfalls. Damit sind unter anderem Prozessvariationen und -verschiebungen aufgrund des Verschleißzustandes der Elektroden detektierbar [57].
- Die *Schallemissionsanalyse* ist ein experimentelles Verfahren zur Prozessüberwachung, welches die Schallemissionen über ein Mikrofon direkt am Brenner ermittelt. Dabei wird das gemessene Frequenzspektrum mit dem Sollwert verglichen, um Abweichungen vom Optimalzustand festzustellen. Besondere Herausforderung bei diesem Verfahren ist die Störsignalunterdrückung zum Beispiel durch den Einsatz mehrerer Mikrofone [75].
- Die *Elektrodenverschleißanalyse* basiert auf einer kombinierten Auswertung von Spannungsfluktuationen und Schallemissionen. Dabei wird der Verschleißzustand der Elektroden quantifiziert [76].

### 3.2.2 Plasma- und Partikeldiagnostik

Die Messsysteme zur Plasma- und Partikeldiagnostik ermitteln im Gegensatz zu den bisher genannten Verfahren direkt die spezifischen Eigenschaften beispielsweise der aufgeschmolzenen Pulverpartikel beim Auftreffen auf dem Substrat. Aus diesem Grund wird den mit diesen Systemen ermittelten Messwerten eine relativ genaue Beschreibung der erzeugten Schichtstruktur zugeschrieben.

#### Plasmadiagnostische Verfahren

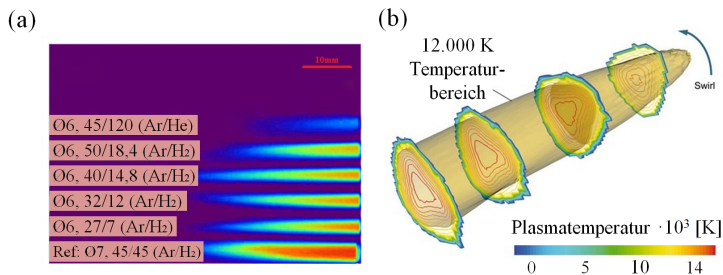
Bei der Untersuchung der Eigenschaften von thermischen Plasmen kom-

men verschiedene Technologien zum Einsatz. Die wichtigsten Zielgrößen sind dabei Enthalpie, Temperatur, Geschwindigkeit und Viskosität des Plasmagases. In Tabelle 3.1 ist eine Übersicht der verschiedenen Verfahren und der jeweils ermittelbaren Plasmakenngrößen dargestellt.

**Tab. 3.1:** Übersicht der Verfahren zur Untersuchung thermischer Plasmen.

Verfahren	Plasmakenngröße
Enthalpiesondenverfahren	Temperatur, Geschwindigkeit, Enthalpie
Emissionsspektroskopie	Temperatur
Infrarotthermografie	Form, Lage, Temperaturverteilung
Schlierentechnik	Temperatur, Dichte, Druck
CCD-Kamera	Form, Lage, Intensität
Hochgeschwindigkeitskamera	Plasmaffuktuationen

Die Verfahren basieren auf unterschiedlichen messtechnischen Ansätzen. Beim *Enthalpiesondenverfahren* wird beispielsweise eine Sonde in den Gasstrahl gehalten und die Enthalpie über eine zweistufige Energiebilanz des Kühlwassersystems ermittelt. Mithilfe der Enthalpie wird dann die Gastemperatur und über den Staudruck am Ort der Messung die Geschwindigkeit des Gasstrahls bestimmt [77]. Bei der *Infrarotthermografie* wird mit einer Infrarot-Thermokamera und zwei Filtern die Temperaturverteilung sowohl vom Plasma- als auch Partikelstrahl ermittelt (Abbildung 3.3a) [92]. Die *Emissionsspektroskopie* ermöglicht die Quantifizierung der Plasmagastemperatur auf Basis der atomaren Emissionsbänder [78]. Die *Schlierentechnik* wiederum basiert auf der Änderung der Brechungsindex-Verteilung, um direkte Rückschlüsse auf Variationen in Dichte, Temperatur und Druck des Plasmas zu ziehen. Dabei wird mithilfe eines Lasers ein Schattenbild erzeugt, welches die Änderung des Brechungsindexgradienten darstellt [44, 83]. Auf Basis

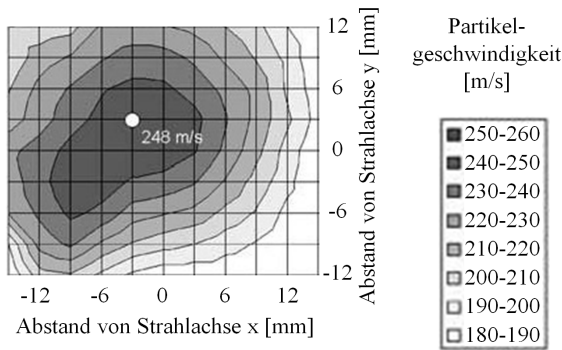


**Abb. 3.3:** (a) Thermografieaufnahme von Plasmaflammen verschiedener Plasmagase mittels einer CCD-Kamera und (b) 3-Dimensionale Darstellung der Plasmatemperaturen in einer Plasmaflamme mithilfe eines Computertomografen [11, 80, 122].

von bildgebenden Verfahren können mithilfe von *CCD-Kameras* zudem Form, Lage und Emissionsintensität des Plasmastrahls ermittelt werden [82]. Dabei ermöglichen *Hochgeschwindigkeitskameras* mit Aufnahmeraten von bis zu  $10^6/\text{s}$  eine Analyse der Hochfrequenzfluktuationen (HOBAS-System) [81]. Ein weiteres Verfahren zur Temperaturmessung ist das *Chromatic Monitoring*, welches auf den Lichtemissionen in verschiedenen Bereichen des Plasmas basiert und durch Kreuzkorrelation die Ermittlung der Plasmaeigenschaften ermöglicht [79]. Außerdem kann die Temperatur bei vorhandenem Sauerstoff über die Intensität der Rotationsbänder der Moleküle bestimmt werden oder mithilfe eines Laserstreuverfahrens aus der Verteilung und der Intensität der Thomson-Streuung [23]. Für besondere Anwendungen werden darüber hinaus Spezialtechniken wie Computertomografen eingesetzt (Abbildung 3.3b). Bei Brennerneuentwicklungen können damit beispielsweise die Fluktuationen in drei Plasmaflammen eines Brenners detailliert untersucht werden [11]. Weitere diagnostische Verfahren basieren unter anderem auf der Injektion kleiner Tracer-Partikel, deren Eigenschaften stellvertretend für die originären Plasmaeigenschaften ermittelt werden. Daher werden diese Verfahren im Kapitel Partikeldiagnostik beschrieben.

### Partikeldiagnostische Verfahren

Bei der Echtzeit-Messung der Eigenschaften von Spritzpartikeln im Flug werden grundsätzlich zwei Ansätze unterschieden. Bei der *Einzelpartikelmessung* werden die Eigenschaften einzelner Partikel in einem sehr kleinen Messvolumen ermittelt. Mit dieser Technik sind aussagekräftige Verteilungsdarstellungen der Partikeleigenschaften in einzelnen Bereichen der Plasmaflamme ermittelbar (Abbildung 3.4).



**Abb. 3.4:** DPV-2000 Freistrahlskan: Partikelgeschwindigkeitsverteilung im Spritzstrahl [84].

Bei der *Durchschnittsmessung* hingegen wird ein größeres Messvolumen betrachtet, wobei nur der Durchschnitt der Eigenschaften der Partikel im betreffenden Bereich bestimmt und als Kennwert ausgegeben wird [11, 84, 86]. Beide Messverfahren liefern im direkten Vergleich grundsätzlich ähnliche Messergebnisse und weisen gleichartige qualitative Veränderungen bei der Variation von Anlagenparametern auf [61, 84].

Eine Übersicht der verfügbaren Verfahren und Systeme zur Ermittlung der Partikeleigenschaften ist in Tabelle 3.2 dargestellt. Je nach Verfahren können verschiedene Partikelkenngößen ermittelt werden. Zur Partikeltemperaturmessung wird in vielen Fällen auf die *Zweiwellenlängenpyrometrie* zurückgegriffen. Dabei wird die Temperatur über das



**Tab. 3.2:** Übersicht der Verfahren und Systeme zur Untersuchung der Partikeleigenschaften im Spritzstrahl.

Verfahren	Partikelkenngröße
Hochgeschwindigkeits-CCD-Kamera	Aufprallverhalten
Laser-Doppler-Anemometrie (LDA)	Geschwindigkeit, Richtung
Laser-Zweifokus-Verfahren (L2F)	Geschwindigkeit
Particle-Flux-Imaging (PFI)	Leuchtdichteverteilung
Particle-Shape-Imaging (PSI)	Größe, Form
Particle-Image-Velocimetry (PIV) / Laser-Speckle-Anemometrie (LSA)	Geschwindigkeit, Richtung
Passive-Imaging-Spray-Monitor (PISM)	Geschwindigkeit, Größe, Teilchenrate, Trajektorie
Phasen-Doppler-Anemometrie (PDA)	Geschwindigkeit, Größe, Teilchenrate
Pyrometrisches Doppelschlitverfahren (DPV-2000/ CPS-2000)	Temperatur, Geschwindigkeit, Größe, Teilchenrate
Spatial-Filtering	Geschwindigkeit
Zweiwellenlängenpyrometrie	Temperatur

Verhältnis der Strahlungsintensitäten der Partikel bei zwei verschiedenen Wellenlängen ermittelt (Quotienten- / Verhältnispyrometrie), wobei Ungenauigkeiten aufgrund der Emissivität und Hintergrundstrahlung auftreten können [88]. Auf diesem Verfahren basiert auch das *Pyrometrische Doppelschlitverfahren*, welches beim DPV-2000 / CPS-2000 zum Einsatz kommt. Zusätzlich können mit diesem integrierten System (Einzelpartikelmessverfahren) die Geschwindigkeit mithilfe einer Doppelschlitblende (Lichtschrankenprinzip) und die Teilchenrate und -größe aus der absoluten Intensität der emittierten Strahlung er-

mittelt werden [82, 84]. Die Größenermittlung basiert jedoch auf der Annahme kugelförmiger Partikel ( $10\text{ }\mu\text{m}$  bis  $300\text{ }\mu\text{m}$ ) und einer vorherigen Kalibrierung. Die Partikelgeschwindigkeit kann unter anderem mithilfe der *Laser-Doppler-Anemometrie (LDA)* ermittelt werden. Sie ist über die Dopplerverschiebung eines Messsignals der Teilchen bestimmbar. Das Signal wird erzeugt, wenn die Partikel das von zwei Laserstrahlen gebildete Meßvolumen von  $V = 0,1\text{ mm}^3$  durchqueren und dabei Interferenzstreifen streuen. Einschränkungen bestehen gegenüber der maximalen Partikelgeschwindigkeit von  $v_{\text{max}} = 700\text{ }\frac{\text{m}}{\text{s}}$  und der hohen Empfindlichkeit gegenüber Hintergrundstrahlung [95]. Die *Phasen-Doppler-Anemometrie (PDA)* stellt eine Erweiterung der LDA um die Ermittlung der Partikelgröße dar (LDG – Laser-Doppler-Granulometry). Diese wird über einen zusätzlichen Detektor und die Phasenverschiebung des Streulichtes bestimmt. Die Methodik bietet gegenüber der LDA eine höhere Zuverlässigkeit, Genauigkeit und Unempfindlichkeit bei optischen Störungen. Die Größenbestimmung basiert auch bei diesem Verfahren auf einer sphärischen Form der Partikel. Außerdem wird nur ein sehr kleines Messvolumen ausgewertet [99]. Auch mit dem *Laser-Zweifokus-Verfahren (L2F)* kann die Partikelgeschwindigkeit ermittelt werden. Dafür wird mithilfe von zwei fokussierten Laserstrahlen und zwei Photomultipliern eine Lichtschranke gebildet, die durch Messung der Flugzeit zwischen den Laserstrahlen eine genaue und robuste Geschwindigkeitsbestimmung ermöglicht [96]. Einschränkungen bestehen aufgrund des im Vergleich zum LDA kleineren Messvolumens und es sind Partikelgeschwindigkeiten im Bereich von  $v = 1 - 2000\text{ }\frac{\text{m}}{\text{s}}$  ermittelbar. Beim *Spatial-Filtering* wird die Lichtabstrahlung eines Partikels beim Passieren einer Messanordnung aus fünf parallelen Platten auf eine optische Faser fokussiert. Die Signale werden dabei von einem Photomultiplier erfasst und aus dem zeitlichen Abstand der Intensitätsspitzen die Geschwindigkeit ermittelt. Aufgrund der teilweise uneindeutigen Zuordnung der Lichtsignale zu den einzelnen Partikeln treten jedoch teilweise ungenaue Messergebnisse auf [85]. Bei der

*Particle-Image-Velocimetry (PIV)* werden die Partikel von zwei aufeinanderfolgenden Laserstrahlen beleuchtet und über eine CCD-Kamera zwei optische Aufnahmen generiert. Aus der örtlichen Verschiebung der Partikel kann die Geschwindigkeit und Orientierung in einem Messbereich (20 x 15 mm) ermittelt werden. Im Gegensatz dazu werden bei der *Laser-Speckle-Anemometrie (LSA)* die Geschwindigkeitsvektoren nicht durch örtliche Verschiebung, sondern auf Basis der Young'schen Interferenzstreifenmuster ermittelt. Aufgrund der 2-Dimensionalen Erfassung bleiben bei beiden Verfahren vektorielle Anteile senkrecht zur Messebene unberücksichtigt. Zudem sind beim LSA sehr leistungsfähige Bildverarbeitungsmethoden erforderlich [83]. Auch das *Passive-Imaging-Spray-Monitor (PISM)* basiert auf einer CCD-Kamera. Mithilfe eines Zoomobjektivs und unterschiedlichen Belichtungszeiten kann mit diesem Verfahren die Partikeldichte und -größe (Volumendiagnostik) und die Partikelgeschwindigkeit bzw. -trajektorie (Punktdiagnostik) ermittelt werden [82]. Das *Particle-Shape-Imaging (PSI)* ist speziell darauf ausgelegt die Größe und Form der Partikel zu ermitteln. Dazu wird mit einem Dauerstrichlaser eine telemikroskopische Abbildung der Schatten der Partikel erzeugt, woraus sich Informationen über Größe und Form der Teilchen ableiten lassen. Im Vergleich zu Streulichtverfahren bietet das PSI eine höhere Lichtstärke und eine starke Reduktion der Bildinformationen. Nachteil des Verfahrens ist, dass weder Partikeltemperatur noch -geschwindigkeit ermittelbar sind [98]. Ein komplett anderer Ansatz wird mit dem *Particle-Flux-Imaging (PFI)* verfolgt. Dazu wird die Leuchtdichteverteilung im Plasma- und Partikelstrahl mithilfe einer CCD-Kamera und eines Spezialfilters (2 Bereiche mit verschiedenen Transmissionswerten) qualitativ erfasst. Die Auswertung erfolgt auf Basis der Lichtintensität über Ellipsenannäherung der Konturen gleichen Grauwertes. Für die Analyse werden die Parameter der Ellipsen mit den prozesscharakterisierenden Zustandsgrößen korreliert [82]. Neben der Diagnostik in der Flugphase der Partikel kann auch das Aufprallverhalten untersucht werden. Dazu wird mithilfe einer

*Hochgeschwindigkeits-CCD-Kamera* das Verhalten der Spritzpartikel beim Auftreffen auf dem Substrat untersucht [59].

Auch wenn das genaue Messprinzip in der Literatur teilweise nicht vollständig dargelegt wird, basieren die Verfahren in vielen Fällen auf ähnlichen Grundprinzipien, wie beispielsweise dem „Lichtschrankenprinzip“ zur Partikelgeschwindigkeitsermittlung. Sie werden jedoch, je nach Anwendungsverfahren, auf unterschiedliche Weise realisiert. Aufgrund der ähnlichen Methodik verfügen die Messsysteme jedoch auch über gleichartige Stärken und Schwächen. Zum Beispiel basieren die Systeme oft auf CCD-Kameras oder linearen Zeilendetektoren und es wird mithilfe von Pyrometrie aus der Wärmestrahlung der heißen Partikel deren Temperatur bestimmt. Die Verfahren weisen daher beispielsweise bei hoher Hintergrundstrahlung durch die Plasmaflamme ähnliche Messabweichungen zur realen Bauteiltemperatur auf. Bei der Messung ist jedoch zu beachten, dass verfahrensbedingt nur die Partikeloberflächentemperatur und nicht die Innentemperatur der Partikel ermittelbar ist. Trotzdem wird in der Literatur zur Vereinfachung oftmals der Begriff der Partikeltemperatur verwendet.

Die Messgenauigkeit der Verfahren ist insgesamt sehr unterschiedlich. Die Messung der Partikelgeschwindigkeit ist beispielsweise mit Schwankungen im Bereich von circa 5 % relativ genau möglich, während die Partikeltemperaturmessung mit 20 % und die absolute Partikelgröße mit 40 % wesentlich höhere Schwankungsbreiten aufweisen [87].

Bei der Temperaturmessung sind die Schwankungen insbesondere auf die Schwächen der Zweiwellenlängenpyrometrie zurückzuführen, die von den meisten Verfahren verwendet wird. Diese basiert auf dem Planck'schen Strahlungsgesetz (Formel 06), welche die Strahlungsdichte eines idealen schwarzen Strahlers  $M_s$  als Funktion der Wellenlänge  $\lambda$  und der Temperatur  $T$  beschreibt [88]:

$$M_s(\lambda, T) = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{e^{hc/\lambda kT} - 1} \quad \left[ \frac{W}{cm^2 \mu m} \right] \quad (06)$$

$$\begin{aligned} \text{mit } c &= 2,998 \cdot 10^8 \frac{\text{m}}{\text{s}} \text{ Lichtgeschwindigkeit im Vakuum} \\ h &= 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ J}\cdot\text{s} \text{ Planck'sche Konstante} \\ k &= 1,381 \cdot 10^{-23} \frac{\text{J}}{\text{K}} \text{ Boltzmann Konstante} \end{aligned}$$

In der Realität weisen Körper jedoch mehr oder weniger starke Abweichung zum idealen schwarzen Strahler auf. Sie werden daher als graue Strahler bezeichnet und sind durch den Absorptionsgrad  $\alpha$  und den Emissionsgrad  $\varepsilon$  gekennzeichnet. Der Emissionsgrad  $\varepsilon(\lambda, T)$  ist dabei als Quotient aus der abgestrahlten Leistung eines realen Körpers  $M_r(\lambda, T)$  und der Leistung eines schwarzen Strahlers  $M_s(\lambda, T)$  definiert (Kirchhoff'sches Strahlungsgesetz) [11, 88]:

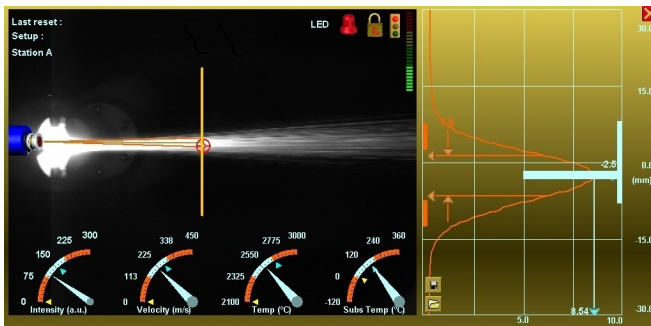
$$\varepsilon(\lambda, T) = \frac{M_r(\lambda, T)}{M_s(\lambda, T)} \quad \text{bzw.} \quad M_r(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T) M_s(\lambda, T) \quad (07)$$

Zur Bestimmung der Temperatur werden bei der Zweiwellenlängenpyrometrie die Strahlungsintensitäten  $M$  in zwei nahe beieinanderliegenden Wellenlängenbereichen ( $\lambda_1, \lambda_2$ ) gemessen und ins Verhältnis gesetzt. Zudem wird angenommen, dass der Emissionsgrad innerhalb kleiner Wellenlängenbereiche ungefähr konstant ist  $\varepsilon_1(\lambda_1, T) = \varepsilon_2(\lambda_2, T)$ . Somit kürzt sich  $\varepsilon$  aus der Gleichung heraus und die Temperatur ist ohne Kenntnis des Emissionsgrades nach Formel 08 ermittelbar:

$$\frac{M(\lambda_1)}{M(\lambda_2)} = \frac{\varepsilon_{\lambda_1}}{\varepsilon_{\lambda_2}} \left( \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \right)^5 \exp \left[ \frac{hc/k}{T} \left( \frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1} \right) \right] \quad (08)$$

Der Emissionsgrad kann jedoch eine starke Abhängigkeit von der Wellenlänge aufweisen und stellt daher einen Unsicherheitsfaktor dar. Mithilfe einer Kalibrierung kann der Messfehler reduziert werden. Dazu wird für das entsprechende Material eine Kalibrierungsfunktion ermittelt, welche dazu verwendet wird, den Messwert zu korrigieren. Für viele Materialien, wie zum Beispiel Oxidkeramiken, ist der Emissionsgrad je-

doch nicht ausreichend untersucht. Aus diesem Grund wird in vielen Systemen in der Praxis eine Wolfram-Kalibrierungsfunktion verwendet, welche im Bereich bis  $T = 3.000\text{ }^{\circ}\text{C}$  eine relativ gute Annäherung darstellt, wobei der absolute Fehler mit der Temperatur steigt [88]. Der absolute Messfehler ist für eine Prozessregelung nicht immer ausschlaggebend. Wenn beispielsweise die Partikeltemperatur konstant gehalten werden soll, ist nur die relative Abweichung über die Zeit und nicht der absolute Fehler relevant. Für diesen Fall reduzieren sich die (relativen) Schwankungen auf 5 % [80]. Neben der Temperatur ist die *Partikel-* oder *Strahlungsintensität* (auch Teilchen- oder Strahlungsdichte) des Partikelstrahls eine wichtige Kenngröße, welche die Anzahl der aufgeschmolzenen Pulverpartikel im Spritzstrahl repräsentiert. Ermittelt wird ein integraler Kennwert für die Helligkeit der Partikel beim Durchfliegen der Intensitätsmesslinie, die sich genau im Spritzabstand befindet, also beim Auftreffen der Partikel auf dem Substrat (Abbildung 3.5).



**Abb. 3.5:** Bedienoberfläche des Accuraspray-G3 Diagnostik-Systems mit der Abbildung des Spritzstrahls und der Intensitätsverteilung (orange) im Bereich der Kennlinie.

Beim Accuraspray-G3 Messsystem von Tecnar wird der Partikelintensitätswert beispielsweise mit einem CCD-Sensor ermittelt. Dabei wird die gemessene Strahlungsintensität zur maximalen Intensität bei vollständiger Sättigung des Sensors ins Verhältnis gesetzt und als Intensitätskennwert ausgegeben [89]. Im Vergleich zur Partikeltempera-

turmessung, die einen wesentlich kleineren Bereich für die Messung verwendet ( $\emptyset 3 \times 25$  mm), wird die Partikelintensität über den kompletten Spritzstrahl ermittelt [84]. Daher ist mit diesem Messwert eine bessere Beschreibung der Gesamtstrahlcharakteristik möglich. Im Gegensatz zur Temperatur lässt sich jedoch keine quantitative absolute Aussage über die Partikeleigenschaften treffen. Aufgrund der Proportionalität zur Anzahl der aufgeschmolzenen Pulverpartikel kann die Partikelintensität beispielsweise zur Einstellung des Trägergasstromes für optimale Spritzeffizienz („Sweet Spot“) eingesetzt werden.

### **Plasma- und Partikeldiagnostik in der betrieblichen Praxis**

In thermischen Spritzbetrieben sind hauptsächlich Systeme aus Kombination der oben genannten Verfahren und Techniken im Einsatz. Im Folgenden werden die nach Fauchais et al. [87] meist verwendeten Praxis-Messsysteme vorgestellt [87]. Das *DPV-2000* von Tecnar basiert auf dem pyrometrischen Doppelschlitzverfahren zur quantitativen Erfassung der Partikeleigenschaften. Es handelt sich dabei um ein Einzelpartikelmesssystem, welches einerseits detaillierte Prozessdaten ermittelt, dafür jedoch auf der anderen Seite genaue Kenntnisse des Plasmaspritzprozesses voraussetzt. Daher wird es hauptsächlich in der Forschung und Entwicklung eingesetzt. Für Kaltgasspritzprozesse wurde die Spezialversion *CPS-2000* entwickelt. Das *Accuraspray-G3* (Tecnar) ist im Gegensatz dazu ein Durchschnittsmesssystem und für die Prozesskontrolle in thermischen Spritzbetrieben konzipiert. Es ist in der Lage die Partikelgeschwindigkeit (passives L2F-Verfahren) und die Partikel- und Substrattemperatur (Pyrometrie) zu ermitteln. Zusätzlich können die Partikelintensität und die Form des Partikelstromes mit einer CCD-Kamera erfasst und quantifiziert werden [11]. Auf diesen Prozessgrößen liegt auch der Fokus beim *SprayView* (Tecnar), welches eine Detaildarstellung des Partikelstromes und zusätzlich eine Partikelgeschwindigkeits- und -temperaturmessung ermöglicht [84, 89, 90].

Neben den Systemen von Tecnar wird das *Spray Watch* (Oseir Ltd.) eingesetzt, welches grundsätzlich die gleichen Parameter ermittelt wie das Accuraspray-G3, jedoch auf einer Einzelmessung der Partikelkennwerte basiert [121]. Außerdem wird das *Spray and Deposit Control (SDC)* verwendet, welches vor allem die optische Erfassung des Partikelstromes und der Geschwindigkeit ermöglicht. Ein großer Vorteil des Systems liegt in dem geringen Gewicht des Sensorkopfes ( $< 1$  kg). Dies ermöglicht die Montage direkt am Brenner und somit eine kontinuierliche Messung während der Beschichtung [91]. Weitere Geräte aus der Praxis sind das *ThermaViz* (Stratronics Inc.), das *Flux Sentinel* (Cyber Materials) und der *NIR-Sensor* (GTV) [87, 91, 93].

Neben den quantitativen Verfahren wurden in den vergangenen Jahren mehrere Messsysteme zur qualitativen Erfassung der Partikel- und Plasmastrahleigenschaften entwickelt. Dazu zählt das *Particle-Flux-Imaging* (Linspray), welches die Form von Plasma- und Partikelstrahl bei stark erhöhter Belichtungszeit mithilfe von Ellipsenkenngrößen annähert und damit eine Beschreibung des Zustandes des Prozesses ermöglicht [82]. Auf Basis dieses Messsystems sind von mehreren Autoren „closed-loop“ Regelkreise beschrieben worden. Darin werden die Prozessparameter mit den Ellipsenkenngrößen korreliert und dann mit einem System auf Basis künstlicher Neuronaler Netze nachgeregelt [29, 90]. Ein weiteres qualitatives Messsystem stellt das *Particle-Shape-Imaging (PSI)* der Universität der Bundeswehr (München) dar, welches über einen „Schattenansatz“ eine wesentlich genauere Ermittlung der Größe und Verteilung der Pulverpartikel im Spritzstrahl ermöglicht als über die Phasen-Doppler-Anemometrie [83].

Generell gehen die Entwicklungen der Branche in Richtung einfacher, integrierter Messsysteme, um auf Basis von wenigen Sensoren eine möglichst umfangreiche Prozesskontrolle in der industriellen Fertigung zu ermöglichen [60, 94].



### 3.2.3 Substrat- und Schichtbildungsdiagnostik

Neben den Plasma- und Partikeleigenschaften ist der Zustand des Substrates einer der Haupteinflussfaktoren bei der Entstehung der Schicht. Aus diesem Grund fällt der Online-Substrat- und Schichtbildungsdiagnostik eine entscheidende Rolle zu, da viele Schichteigenschaften nach aktuellem Stand der Technik nur zerstörend ermittelt werden können. Die in diesem Kapitel vorgestellten Verfahren befinden sich, abgesehen von der Temperaturmessung mittels Pyrometrie, Thermografie oder Thermoelementen, größtenteils in der Entwicklungsphase und werden daher noch relativ selten eingesetzt.

#### Substratdiagnostik

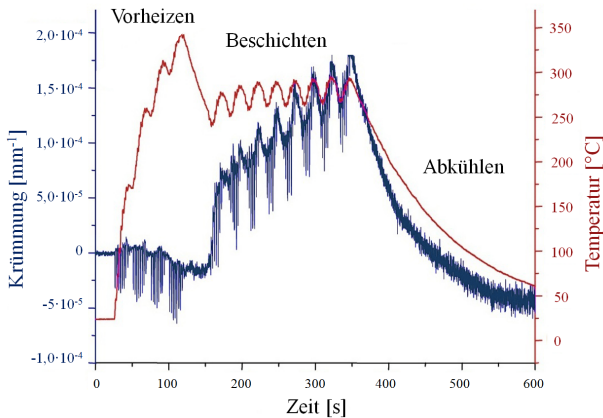
Zur Temperaturmessung des Substrats können verschiedene Messverfahren eingesetzt werden. Die einfachste Methodik ist die *pyrometrische Spotmessung*, mit deren Hilfe über einen punktuellen Sensor die lokalen Bauteiltemperaturen während des Beschichtungsprozesses ermittelt werden. Eine Erweiterung des Verfahrens stellt die *Thermografie* dar, welche einen integralen Messwert über einen Bauteilbereich ermittelt und in einem Thermogramm visualisiert [92]. Beide Verfahren basieren auf ähnlichen physikalischen Grundlagen. Hauptproblem ist, wie bei der pyrometrischen Partikeldiagnostik, die Emissivität, welche von der Bauteiltemperatur und der Substratrauigkeit abhängig ist (vgl. Kapitel 3.2.2). Des Weiteren stören unter anderem die reflektierten Infrarotemissionen des Plasmas und der injizierten Partikel die Messung [91].

Eine weitere Möglichkeit der Temperaturmessung besteht in der Verwendung von *Thermoelementen*. Dabei wird die Thermospannung zwischen zwei Metallen ermittelt, welche eine Proportionalität zur Werkstofftemperatur aufweist. Zur Ermittlung der Bauteiltemperaturen können Thermoelemente im Innern des zu beschichtenden Bauteils positioniert oder direkt in die metallische Oberfläche eingebracht werden [100]. Dabei wird teilweise das Substrat als eine der Elektroden

des Thermoelementes verwendet. Dies führt zu schnelleren Reaktionszeiten bei der Temperaturmessung [80].

### Schichtbildungsdiagnostik

Zur Beschreibung der Schichteigenschaften sind das Elastizitätsmodul und die Eigenspannungen wichtige Kenngrößen. In Abbildung 3.6 ist die grafische Auswertung eines Verfahrens dargestellt, welches die zerstörungsfreie Quantifizierung dieser Größen ermöglicht. Dafür wird ein metallischer Teststreifen beschichtet und dessen Biegung in Echtzeit ermittelt. Über die auftretende Verformung können die Kennwerte mithilfe der Stoney-Formel berechnet werden [45,80].



**Abb. 3.6:** Temperatur und Krümmung eines Teststreifens über der Versuchslaufzeit [45].

Es handelt sich jedoch bis jetzt um ein experimentelles Verfahren, weshalb die ermittelten Messwerte nicht immer direkt mit den auf konventionelle Weise ermittelten Materialkennwerten verglichen werden können. Trotzdem ist dieses Verfahren ein bedeutender Schritt zum besseren Verständnis der Grundzusammenhänge beim Beschichten, da erstmals die Möglichkeit besteht, spezifische Schichteigenschaften zerstörungsfrei zu quantifizieren. Im Moment sind unter anderem

das ICP/ECP System (In-situ / Ex-situ Coating Properties, Reliaccoat Technologies) und das Spray and Deposit Control (SDC) als zwei kommerzielle Systeme diesen Typs verfügbar [91, 97].

Einen komplett anderen Ansatz zur Analyse der Schichtbildung verfolgt die *Schallemissionsanalyse (SEA)*. Sie basiert auf der Auswertung von akustischen Signalen beim Partikelaufrall, welche eine Analyse der Rissinitiation und -ausbreitung ermöglicht. Aufgrund der Signalüberlappung ist dafür eine hohe Auflösung erforderlich, wodurch große Datenmengen erzeugt und ausgewertet werden müssen. Die Herausforderung besteht darin, trotz der Störsignale durch Umgebung und Brenner, Zusammenhänge zwischen Prozesszustand, den Schallsignalen und den späteren Schichteigenschaften zu ermitteln [9, 75].

Ein weiteres Verfahren stellt die Echtzeitmessung der Schichtdicke dar. Dabei wird mit einem *Lasertriangulationsverfahren* kontinuierlich der Schichtauftrag und damit die Erhöhung der Dicke ermittelt. Auf Basis der Daten kann theoretisch in Echtzeit entschieden werden, ob weitere Lagen erforderlich sind, um die geforderte Schichtdicke zu erreichen. Mit diesem System wäre eine kontinuierliche, zerstörungsfreie Prozessüberwachung möglich. Die Genauigkeit des Verfahrens ist dabei jedoch stark von der geometrischen Komplexität des Bauteils abhängig [87, 101, 102].

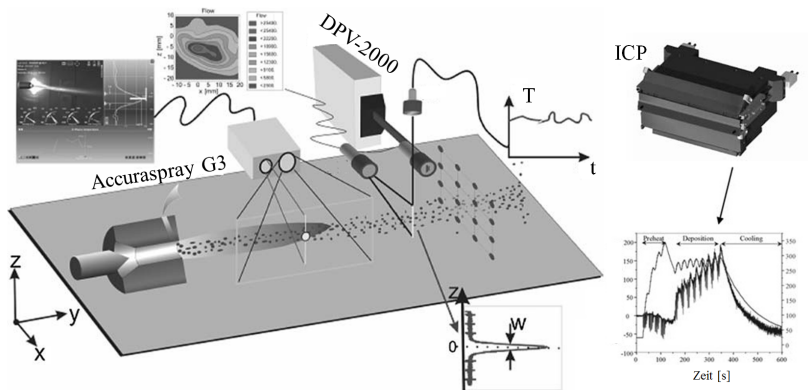
Obwohl in diesem Kapitel eine Vielzahl an Systemen zur Prozesskontrolle vorgestellt wurde, beschreiben die Messgrößen den Prozesszustand nicht vollständig. Dies wird anhand der komplexen Problematik der Prozessregelung deutlich, welche auf diesen Messgrößen basiert, um konstante Schichteigenschaften zu realisieren (vgl. Kapitel 3.3). Die Probleme sind teilweise auf messtechnische, physikalische Ursachen zurückzuführen. Beispielsweise ist die Partikeltemperatur grundsätzlich quantifizierbar, allerdings kann nach aktuellem Stand der Technik nur die Außentemperatur und nicht der Aufschmelzgrad der Partikel in

Echtzeit direkt ermittelt werden. Dieser ist jedoch essenziell für eine vollständige Beschreibung des Partikelzustandes.

### 3.3 Beschreibung möglicher Echtzeit-Prozessregelungsansätze

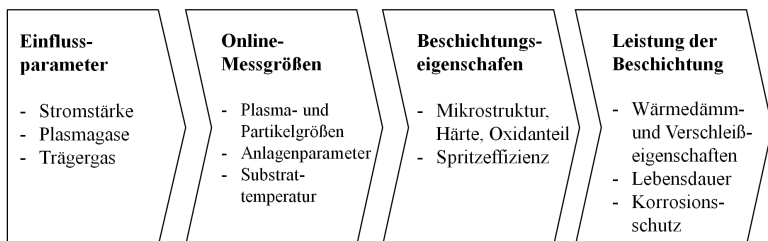
Auf Basis der im vorherigen Kapitel vorgestellten Messsysteme werden im Folgenden mögliche Echtzeit-Prozessregelungsansätze für atmosphärische Plasmaspritzprozesse vorgestellt und diskutiert. Gemeinsames Ziel aller Regelungsverfahren ist die Reduktion der Prozessvarianz (vgl. Kapitel 2.3), um durch eine höhere Prozessstabilität eine gleichbleibende Qualität der Beschichtung, und damit ihrer Eigenschaften und Leistungsfähigkeit für den späteren Verwendungszweck zu gewährleisten.

Erste Prozessregelungsansätze beispielsweise auf Basis der elektrischen Spannungsmessung sind bereits vor Jahrzehnten entwickelt worden. Von den für eine Prozessregelung infrage kommenden Verfahren haben sich außerdem in den letzten Jahren insbesondere Plasma- und Partikeldiagnostik basierte Messsysteme stark weiterentwickelt. Daher basieren die beschriebenen Regelungsansätze hauptsächlich auf anlagen- und brennersensorischen Messgrößen oder Plasma- und Partikelparametern. Der Fokus wurde dabei auf eine möglichst vollständige Darstellung der verfügbaren Verfahren gelegt. Aus diesem Grund sind auch Prozessregelungsansätze aufgenommen worden, deren Verwendung zum Ausgleich von elektrodenverschleißbedingten Schwankungen im Langzeitbereich noch nicht explizit beschrieben wurde, die jedoch grundsätzlich für einen solchen Einsatz infrage kommen. Ein ganzheitlicher Ansatz zur Prozesskontrolle unter Verwendung verschiedener optischer Messsysteme ist beispielhaft in Abbildung 3.7 dargestellt.



**Abb. 3.7:** Versuchsaufbau zur Ermittlung von Echtzeit-Prozessgrößen mithilfe verschiedener Messsysteme [61].

Die meisten beschriebenen Prozessregelungsansätze basieren auf einem ähnlichen Grundprinzip (Abbildung 3.8). Dabei werden Online-Messgrößen als Regelgrößen ermittelt und unter Verwendung von Einflussparametern als Steuergrößen aktiv beeinflusst bzw. konstant gehalten. Auf diese Weise sollen gleichbleibende Schichteigenschaften und damit eine konstante Leistung der Beschichtung im späteren Einsatz gewährleisten werden.



**Abb. 3.8:** Möglicher Regelungsansatz beim thermischen Spritzen mit beispielhaften Kenngrößen [36].

### Kategorisierung

Aus den verschiedenen Messsystemen und Verfahren hat sich eine Vielzahl an Prozessregelungsansätzen entwickelt. In der vorliegenden Arbeit werden diese zur besseren Übersicht in folgende Kategorien eingeteilt:

1. Regelung ohne Plasma- und Partikeldiagnostik
2. Regelung auf Basis quantitativer Partikeldiagnostik
3. Regelung auf Basis qualitativer Plasma- und Partikeldiagnostik

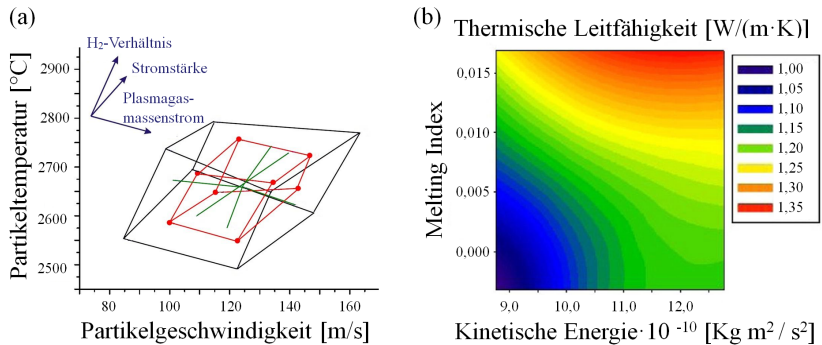
Unter Verfahren *ohne Plasma- und Partikeldiagnostik* werden Methodiken zusammengefasst, welche ohne den Einsatz optischer Plasma- und Partikeldiagnostiksysteme eingesetzt werden können. Demgegenüber basiert die Regelung mit *quantitativen Partikeldiagnostikverfahren* auf Messwerten, die mit einer bestimmten Genauigkeit die absoluten Eigenschaften wie beispielsweise der Partikeltemperatur und -geschwindigkeit darstellen. Zu dieser Kategorie gehören zudem indirekt ermittelte Kenngrößen, die aus quantitativen Messgrößen berechnet werden wie Melting Indizes (vgl. Kapitel 3.3.3). Im Gegensatz dazu werden unter Regelungsansätzen auf Basis *qualitativer Plasma- und Partikeldiagnostik* Verfahren verstanden, die Messgrößen zur Regelung verwenden, welche die Plasma- und Partikelstrahleigenschaften nicht absolut beschreiben. Es handelt sich daher nicht um Messwerte im herkömmlichen Sinn, sondern künstlich erzeugte Kennwerte, wie zum Beispiel auf vorher festgelegten Belichtungszeiten basierende Ellipsenkenngrößen oder Intensitätskennwerte in Abhängigkeit der maximalen CCD-Sensor-Sensitivität.

Die Abgrenzung der Kategorien ist nicht immer eindeutig, weil sich die Methoden und Ansätze teilweise überschneiden. So werden bei umfangreichen Ansätzen wie bei Beall et al. [104] oder Renault et al. [91] die plasma- und partikeldiagnostischen Systeme um weitere Messgrößen auf Basis von Schallemissionsanalysen oder Spannungsfrequenzmessungen erweitert.

### Prozessfenster und Process-Maps

Zur Implementierung einer Regelung muss ein Zielbereich festgelegt werden, da die Zielgrößen je nach Präzision der Regelungsmethodik und des Messverfahrens nicht auf einen exakten Wert geregelt werden können. Dazu werden untere und obere Toleranzgrenzen festgelegt, welche das Prozessfenster definieren. Für den Bereich innerhalb des Fensters wird davon ausgegangen, dass sich der Prozess im gewünschten Zustand befindet, um die zu erzielenden Beschichtungseigenschaften zu realisieren [2].

Eine Erweiterung dieses Ansatzes ist mithilfe von Process-Maps möglich. Prinzipiell sind Process-Maps grafische Darstellungen mathematischer Zusammenhänge, beispielsweise zwischen Prozessgrößen und den daraus resultierenden Beschichtungseigenschaften (Abbildung 3.9).



**Abb. 3.9:** (a) *First Order Process-Map* mit den Auswirkungen der Steuergrößen auf Partikeltemperatur und -geschwindigkeit [45];  
 (b) *Second Order Process-Map* mit der Abhängigkeit der thermischen Leitfähigkeit von den Partikeleigenschaften [107].

Wie bei Prozessfenstern, werden Parametern in definierten Bereichen bestimmte Eigenschaften zugeordnet, beispielsweise zwischen den Anlagenparametern und den Partikeleigenschaften (*First Order Process-Map*) oder den Partikeleigenschaften und den daraus resultierenden Beschichtungseigenschaften (*Second Order Process-Map*) [108]. Jede

Process-Map ist jedoch lediglich auf den betrachteten Prozess mit den spezifischen Parametern anwendbar und daher nur in wenigen Fällen allgemeingültig. Daher muss bei Prozessveränderungen, wie beispielsweise des Brennertyps oder des Spritzzusatzwerkstoffs, eine neue Process-Map ermittelt werden [105].

### 3.3.1 Regelung ohne Plasma- und Partikeldiagnostik

Die Prozessanalyse auf Basis plasma- und partikeldiagnostischer Verfahren ist aufgrund der teilweise hohen Messsystemkosten nicht für jede Anwendung und Branche wirtschaftlich nutzbar. Daher werden im Folgenden Ansätze zur Prozessregelung mithilfe einfacherer Messsysteme vorgestellt, welche – wie beispielsweise die Leistungsregelung – teilweise bereits in den Beschichtungsanlagen integriert sind (Tabelle 3.3).

**Tab. 3.3:** Prozessregelungsansätze ohne Plasma- und Partikeldiagnostik.

Regelungsansatz	Methodik und Steuergrößen
Leistungsregelung: a) Spannung b) Stromstärke	Regelung auf konstante Leistung; Leistungsabfall wird kompensiert durch a) Anpassung der Spannung <i>Steuergrößen:</i> Plasmagase b) Anpassung der Stromstärke
Plasmaflammenregelung	Regelung auf konstante Plasmaflammenlänge. <i>Steuergrößen:</i> Stromstärke, Plasmagase
Pulvermassenstrom-Regelung*	

\* Die Pulvermassenstromregelung wurde zur Vervollständigung der angewandten Verfahren aufgenommen. Sie stellt keine Online-Prozessregelung im klassischen Sinne dar, da das Schichtgewicht keine Echtzeitmessgröße ist und die Kompensation des Spritzeffizienzabfalls nachträglich für das jeweils folgende Bauteil erfolgt.

Die *Leistungsregelung* ist eines der ältesten Regelungsverfahren beim atmosphärischen Plasmaspritzen. Dabei wird der Ansatz verfolgt, den



erosionsbedingten Spannungs- und damit Leistungsabfall zu kompensieren. Da sich die elektrische Leistung als Produkt der Messgrößen Spannung und Stromstärke ergibt, stehen mit der Veränderung der *Spannung* durch Variation der Plasmagaszusammensetzung und der Erhöhung der direkt regelbaren *Stromstärke* zwei Varianten zur Leistungsregelung zu Verfügung. In vielen Spritzbetrieben wird die Regelung der Spannung bevorzugt, da diese Messgröße mit der Elektrodenlaufzeit absinkt und grundsätzlich mit der Spritzeffizienz korreliert (vgl. Kapitel 2.3.3) [60].

Fauchais et al. [102] argumentieren jedoch, dass eine Leistungsregelung auf Basis der Stromstärke besser geeignet ist, da keine erhöhten Fluktuationen im Plasmastrahl aufgrund eines höheren Wasserstoffanteils im Plasmagas auftreten. Ein grundsätzlicher Vorteil beider Varianten der Leistungsregelung liegt in der Eindimensionalität und der leichten Implementierbarkeit, da die Stromstärken- und Spannungsregelung in viele Beschichtungsanlagen bereits integriert sind. Wichtig ist dabei, dass die Spannung direkt am Brenner ermittelt wird, um eine Verfälschung der Messwerte aufgrund der elektrischen Widerstände in peripheren Brennerkomponenten zu verhindern. Andere Autoren wie beispielsweise Schneider et al. [2] beschreiben, dass trotz der konstanten Leistung ein signifikanter Abfall von Partikeltemperatur und -geschwindigkeit beobachtet werden kann, welcher zu unterschiedlichen Beschichtungsergebnissen führt [58]. Zudem wird von diesen Autoren argumentiert, dass die Geschwindigkeit der Elektrodenerosion durch die Leistungskompensation weiter verstärkt wird, indem beispielsweise das sekundäre Plasmagas Wasserstoff oder die Stromstärke erhöht wird (vgl. Kapitel 2.3.3). Als Folge kann bei zu starker Elektrodenerosion der Leistungsabfall durch diese Steuergrößen nicht mehr ausgeglichen werden. Trotzdem stellt die Leistungsregelung eines der am weitesten verbreiteten Verfahren dar und wird in vielen Spritzbetrieben angewendet.

Ein weiteres Verfahren ist die von Beall et al. [104] vorgeschlagene *Plasmaflammen-Regelung* auf Basis einer Plasma-Stabilitätsanalyse. Dabei wird mithilfe eines Mikrofons der Frequenzbereich des Brenners und damit die Stabilität des Plasmastrahls ermittelt. Die Daten werden mithilfe eines Fuzzy-Systems dem Elektrodenverschleißzustand und den Beschichtungsergebnissen zugeordnet, um die Effekte des Elektrodenverschleißes zu kompensieren.

Ein sehr einfaches Verfahren zur Stabilisierung der Schichtgewichtsschwankungen stellt die *Pulvermassenstromregelung* dar. Sie basiert auf der Anpassung der Zufuhr des Spritzzusatzwerkstoffes, mit deren Hilfe die leistungsabfallinduzierte Spritzeffizienzreduktion ausgeglichen wird. Der Leistungsabfall wird bei dieser Regelungsmethodik jedoch nicht kompensiert, wodurch eine Verringerung des Partikelaufschmelzniveaus und damit eine veränderte Mikrostruktur der erzeugten Beschichtung bewirkt wird. Daher handelt es sich nicht um ein geschlossenes Regelsystem im klassischen Sinn, da der Schichtgewichtsabfall erst nachträglich festgestellt und für das Folgebauteil ausgeglichen werden kann. Aus diesem Grund wird dieses Verfahren nur vereinzelt angewendet. Ein großer Vorteil dieser Methodik liegt jedoch in der einfachen Umsetzbarkeit, da keine zusätzlichen Messsysteme erforderlich sind und die Schichtgewichtsermittlung eine in jedem Fall durchgeführte Qualitätskontrolle darstellt.

### 3.3.2 Regelung auf Basis quantitativer Partikeldiagnostik

Für die Implementierung einer Regelung auf Basis quantitativer Partikelmesssysteme werden spezifische Verknüpfungen zwischen Anlagenparametern und Partikelgrößen benötigt. Diese werden mithilfe statistischer Versuchsplanung ermittelt. Neben regressionsbasierten Ansätzen [23, 38, 45, 105, 106, 109] kommen teilweise auch auf Partikeldiagnostik basierende Verfahren in Verbindung mit künstlichen Neurona-

len Netzen oder Fuzzy-Logik zum Einsatz [39, 111], um Nichtlinearitäten besser abbilden zu können (Tabelle 3.4).

**Tab. 3.4:** Prozessregelungsansätze auf Basis quantitativer Partikeldiagnostik.

Regelungsansatz	Methodik und Steuergrößen
Partikeltemperatur-Geschwindigkeitsregelung	Regelung auf konstante Partikelkenngößen <i>Steuergrößen:</i> Stromstärke, Plasmagase
Partikeltemperatur-Geschwindigkeit-Positionsregelung	Regelung auf konstante Partikelkenngößen <i>Steuergrößen:</i> Stromstärke, Plasmagase, Trägergas
Melting-Index-Regelung	Regelung auf konstante Melting Indizes Berechnung mithilfe von Partikelkenngößen <i>Steuergrößen:</i> Stromstärke, Plasmagase

Ein einfacher Ansatz der Regelung auf Basis von Partikeltemperatur und -geschwindigkeit (*T,v-Regelung*) wird unter anderem von Fincke et al. [86] beschrieben [36, 38, 103, 105, 112]. Trotz der messtechnischen Schwächen (Kapitel 3.2.2) wurde dabei festgestellt, dass Partikeltemperatur und -geschwindigkeit grundsätzlich besser mit den Beschichtungseigenschaften korrelieren als die Anlagenparameter [112]. Zudem ist gezeigt worden, dass mithilfe T,v-basierter Process-Maps die Mikrostruktur mit Rissen und Poren gezielt variiert werden kann [105]. Andere Autoren wie beispielsweise Srinivasan et al. [38] zeigen jedoch, dass auch bei konstanten Partikelmessgrößen ( $\Delta T = \pm 1\%$ ;  $\Delta v = \pm 4\%$ ) signifikante Unterschiede bezüglich Mikrostruktur und Spritzeffizienz auftreten können. Gevelber et al. [114] beschreiben eine Erhöhung des Schichtgewichts bei konstanter Partikeltemperatur und -geschwindigkeit. Die Autoren führen dies auf Variationen im Spritzstrahl zurück, welche über die Elektrodenlaufzeit und trotz konstanter Durchschnittswerte von Partikeltemperatur und -geschwindigkeit auftreten. Auch Streibl et al. [36] beschreiben variierende Spritzergebnisse, die mit ähnlichen Partikelmessgrößen, jedoch unterschiedlichen Anlagenparameterkombi-

nationen erzeugt wurden. Ein Ansatz zur Erweiterung der *T,v-Regelung* wird von Gevelber et al. [103] beschrieben. Die Autoren regeln zusätzlich die vertikale Ausrichtung der Plasmaflamme mithilfe des Trägergases und erreichen damit eine Stabilisierung des Prozesses. Es werden jedoch nur die Beschichtungsergebnisse über wenige Bauteile und nicht die komplette Elektrodenlaufzeit beschrieben [86, 103].

Die Probleme bei der Umsetzung der Regelung zeigen, dass es noch immer eine Herausforderung darstellt, aus den grundsätzlich einfachen Zusammenhängen eine funktionierende Regelung zu entwickeln. Eines der größten Probleme der Prozessregelung unter partieller Verwendung der Partikeltemperatur ist der unbekannte Aufschmelzgrad, der trotz gleicher Partikelaußentemperatur unterschiedlich ausfallen kann und die Beschichtungsergebnisse maßgeblich beeinflusst [60].

Zur Evaluierung des Aufschmelzgrades von Spritzpartikeln können *Melting Indices (MI)* einen wertvollen Beitrag leisten. Dabei wird versucht, beispielsweise auf Basis von Partikeltemperatur, -geschwindigkeit und -größe, den Aufschmelzgrad der Partikel zu beschreiben. Eine der ersten Veröffentlichungen zu Melting Indices stammt von Vaidya et al. [41]. Darin wird ein Melting Index auf Basis der Partikelmessgrößen Oberflächentemperatur  $T$ , Verweilzeit im Spritzstrahl  $\Delta t_{fly}$  und Partikeldurchmesser  $d$  beschrieben. Die Verweilzeit  $\Delta t_{fly}$  wird dabei als Quotient des doppelten Spritzabstandes  $L$  und der Partikelgeschwindigkeit  $v$  approximiert [41, 107]:

$$MI = \frac{T \Delta t_{fly}}{d} \quad \text{mit} \quad \Delta t_{fly} = \frac{2L}{v} \quad (09)$$

Dieser Ansatz wurde in späteren Veröffentlichungen unter anderem von Xiong et al. [115] und Zhang et al. [108] weiterentwickelt, indem ein komplexeres Aufschmelzmodell unter Berücksichtigung der benötigten Aufschmelzzeit der Partikel zugrunde gelegt wurde. Xiong et al. [115] vergleichen die Messergebnisse mit Simulationsdaten und be-

stätigen, dass sich das Aufschmelzniveau umgekehrt proportional zum Partikeldurchmesser und der Partikelgeschwindigkeit verhält. Weitere und teilweise sehr vielversprechende Melting-Index-Ansätze wurden unter anderem von Mauer et al. [11] und Srinivasan et al. [116] veröffentlicht. Da Melting Indizes auf den Messwerten mehrerer Kenngrößen basieren, haben sie grundsätzlich das Potenzial, die energetischen Eigenschaften der Spritzpartikel genauer als einzelne Partikelmessgrößen zu beschreiben. Aus diesem Grund kommen sie auch für Prozessregelungen infrage. Neben Melting Indizes sind Ansätze zur Analyse des Partikelaufrall- (Reynold's Zahl) oder Oxidationsverhaltens (Oxidationsindex) beschrieben worden [35,61]. Diese sind jedoch hauptsächlich für die stationäre Betrachtung von Spritzprozessen relevant und kommen daher nicht für eine Prozessregelung infrage.

### 3.3.3 Regelung auf Basis qualitativer Plasma- und Partikeldiagnostik

Im Gegensatz zur quantitativen Verfahren werden bei der Regelung auf Basis qualitativer Plasma- und Partikelmessgrößen (Tabelle 3.5) künstlich erzeugte Kennwerte verwendet, um die Spritzstrahleigenschaften zu beschreiben.

Die *Ellipsenkenngrößen-Regelung* auf Basis des Particle-Flux-Imaging Messsystems (vgl. Kapitel 3.2.2) ist eines der wenigen Verfahren, welches als kommerzielles Regelungssystem angeboten wird. Dieses muss jedoch trotzdem spezifisch auf den jeweiligen Anwendungsfall angepasst werden. Die Regelung erfolgt mithilfe von Zusammenhängen zwischen Anlagenparametern, Ellipsenkenngrößen und Beschichtungseigenschaften, die unter Verwendung von statistischer Versuchsplanung ermittelt werden. Verschiedene Autoren haben, basierend auf diesem System, Ansätze zur Regelung unter Zuhilfenahme von künstlichen Neuronalen Netzen beschrieben, welche über einen Regelkreis eine automatische Korrektur bei Ellipsenabweichungen ermöglichen [29,90,117]. Die

**Tab. 3.5:** Prozessregelungsansätze auf Basis qualitativer Plasma- und Partikel-diagnostik.

Regelungsansatz	Methodik und Steuergrößen
Particle-Flux-Imaging: Ellipsenkenngößen-Regelung	Regelung auf konstante Ellipsenkenngößen, die den Plasma- und Partikelstrahl beschreiben <i>Steuergrößen:</i> Stromstärke, Plasmagase, Trägergas, Pulvermassenstrom
Intensitätsregelung	Regelung auf konstante Intensitäts- bzw. Partikelvolumenstromkennwerte <i>Steuergrößen:</i> Stromstärke, Plasmagase
Partikelvolumenstrom-Regelung	

Vorteile des Verfahrens liegen unter anderem im ganzheitlichen Ansatz über den kompletten Plasma- und Partikelstrahl, der auch in einer 3-dimensionalen Variante unter Verwendung von zwei Kameras und daher mehreren Perspektiven angewendet werden kann. Nachteilig stehen dem vor allem der relativ hohe Aufwand und die manuelle Anpassung an den Spritzprozess gegenüber [82].

Die *Intensitätsregelung* basiert grundsätzlich auf einem ähnlichen Prinzip. Dabei wird jedoch ein integraler Kennwert für die Helligkeit des Partikelstrahls im definierten Spritzabstand mit einer CCD-Kamera ermittelt (vgl. Kapitel 3.2.2). Gevelber et al. [114] beschreiben für diesen Kennwert im Vergleich zur Partikeltemperatur eine höhere Korrelation zur Spritzeffizienz. Weitere Vorteile dieser Regelungsmethodik liegen in der Eindimensionalität und einfachen Implementierbarkeit. Zudem ist der Messwert nicht wie die Partikeltemperatur von den Partikelstrahleigenschaften an einer bestimmten Position im Spritzstrahl abhängig und daher weniger schwankungsanfällig. Nachteil des Verfahrens ist der Umstand, dass trotz der Ermittlung eines quantitativen Messwertes die Interpretation des reinen Kennwertes nur bedingt möglich ist [93].

Die *Particle-Flux-Regelung* verfolgt mit der Ermittlung des Partikelvolumenstromes einen prinzipiell ähnlichen Ansatz. Dabei wird der Volumenstrom aus der Anzahl und Größe der Partikel berechnet (PDA-Messung). Es handelt sich daher um keine qualitative Messgröße im engeren Sinne. Aufgrund der Ähnlichkeit zur Intensitätsregelung ist sie jedoch in diese Kategorie aufgenommen worden. Nach Wang et al. [50] ermöglicht der Partikelvolumenstrom eine präzise Vorhersage der Spritzeffizienz, auch wenn die Ergebnisse stark von einer vorherigen Kalibrierung auf das verwendete Spritzpulver abhängig sind. Auch Wroblewski et al. [93] beschreiben eine gute Korrelation zwischen Intensität bzw. Partikelvolumenstrom und dem Schichtauftrag, wobei Letzterer eine bessere Korrelation aufweist als die Intensität. Die Autoren schlagen eine Regelung auf Basis dieser Messgrößen vor, ergänzt um eine Zentrierung des Spritzstrahls.

Die Intensität- und Particle-Flux-Regelung sind sehr interessante und vielversprechende Ansätze. Ähnlich wie bei der Melting Index Regelung sind bis jetzt jedoch nur wenige Versuchsergebnisse unter Verwendung dieser Prozessgrößen veröffentlicht worden.

### **3.4 Abschließende Bewertung der Regelungsmöglichkeiten atmosphärischer Plasmaspritzprozesse**

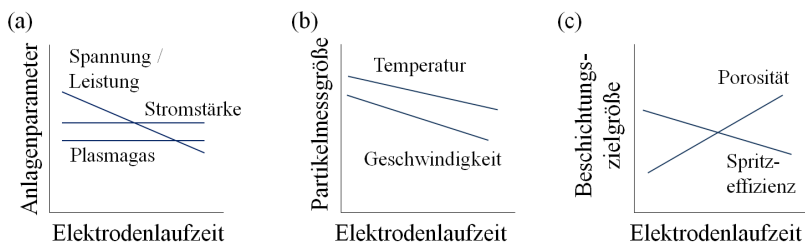
In Kapitel 3.3 wurde eine Vielzahl möglicher Regelungsansätze dargestellt und analysiert. Obwohl an vielen Ansätzen bereits lange geforscht wird, werden nur wenige Prozessregelungen in der industriellen Fertigung eingesetzt. Eine der wichtigsten Ursachen liegt in der hohen Komplexität des Plasmaspritzprozesses, welche sich bis jetzt nur in einem begrenzten Rahmen mithilfe weniger Input-Output-Verknüpfungen darstellen lässt. Viele Ansätze sind zudem nur unter der Prämisse der Kurzzeitstabilisierung überprüft worden [50, 93], obwohl stärkere Pro-

zessabweichungen insbesondere über lange Elektrodenlaufzeiten auftreten (vgl. Kapitel 2.3.3). Insgesamt sind nur wenige Quellen mit Ergebnissen von ausführlichen Langzeitbeschichtungsversuchen über die komplette Elektrodenlaufzeit verfügbar. Dies ist unter anderem auf den hohen Ressourcenaufwand zur Ermittlung dieser Daten zurückzuführen. Ein weiteres Problem bei der Entwicklung eines funktionierenden Prozessregelungssystems liegt darin, dass der Spritzstrahl zur Messung mit den meisten aktuellen Messsystemen (insbesondere Plasma- und Partikeldiagnostik) auf einen definierten Messpunkt vor einem stationär fixierten Sensorkopf gefahren werden muss. Der Grund dafür liegt in den noch relativ schweren Sensorköpfen der meisten Messsysteme, welche die Montage am Plasmabrenner aufgrund der hohen Roboterbeschleunigung bei komplexen Bauteilen erschweren und somit eine Messung der Partikelgrößen während der Beschichtung des Bauteils verhindern.

Auf Basis dieser Erkenntnisse lassen sich Empfehlungen für die Realisierung einer Prozessregelung ableiten. Bei der Bewertung der Messverfahren wird vor allem plasma- und partikeldiagnostischen Methoden ein hohes Potenzial zur Prozessregelung zugeschrieben [86]. Zum Ausgleich elektrodenverschleißbedingter Effekte sind dabei Durchschnittsmesssysteme besser geeignet als Einzelpartikelmessgeräte [118]. Dies ist darauf zurückzuführen, dass Durchschnittsmesssysteme eine geringere Anfälligkeit auf Spritzstrahlveränderungen und höhere Reaktionszeiten aufweisen.

In Abbildung 3.10 sind auf Basis der in Kapitel 2.3.3 beschriebenen Zusammenhänge die qualitativen Verläufe der (a) Anlagenparameter, (b) Partikelgrößen und (c) Beschichtungszielgrößen über die Elektrodenlaufzeit im ungeregelten atmosphärischen Plasmaspritzprozess dargestellt. Für die Umsetzung einer Regelung müssen Messgrößen gefunden werden, die sich als Regelgrößen zur gezielten Beeinflussung der Beschichtungszielgrößen eignen und damit deren Konstanz über die Elektrodenlaufzeit ermöglichen.





**Abb. 3.10:** Prinzipdarstellung der Veränderungen der (a) Anlagenparameter, (b) Partikelmessgrößen und (c) Beschichtungszielgrößen im ungeregelten atmosphärischen Plasmaspritzprozess.

Als Regelungsmethodik ist die statistische Versuchsplanung in Verbindung mit Regression, künstlichen Neuronalen Netzen und Fuzzy-Logik Ansätzen diskutiert worden. Grundsätzlich wäre die Entwicklung eines intelligenten, lernfähigen, vollständig automatisch regelnden Systems auf Basis von kNN und Fuzzy-Logik anzustreben. Dies ist nach aktuellem Stand der Technik jedoch nicht für alle Prozessregelungsansätze und nur mit sehr hohem Ressourcenaufwand realisierbar. Alternativ ist jedoch eine semi-automatische Regelung in Verbindung mit dem Expertenwissen der Anlagenbediener möglich, bei dem die Regelungsvorgaben computergestützt ermittelt und dann vom Anlagenbediener eingegeben werden. Bei diesem Vorgehen ist die Akzeptanz des Systems durch den Anlagenbediener ein wichtiger Faktor. Daher sind Ansätze auf Basis von statistischer Versuchsplanung und linearer Regression tendenziell einfacher vermittelbar, als auf abstrakten Verknüpfungen basierende Beziehungen zwischen den künstlichen Synapsen von neuronalen Netzen.

Abschließend ist zu bemerken, dass insgesamt ein großer Forschungsbedarf im Bereich der Regelung von atmosphärischen Plasmaspritzprozessen besteht, da einige vielversprechende Ansätze noch nicht detailliert überprüft worden sind. Dabei sind insbesondere Langzeitversuche zu Melting Indizes oder Intensität- und Volumenstromansätzen her-

vorzuheben. Zudem wurde die Substrattemperatur bis jetzt nur von wenigen Autoren betrachtet, obwohl diese einen starken Einfluss auf die Schichtqualität aufweist [2] und sich beispielsweise über das Kühlgas regeln und damit im Modell betrachten ließe [87]. Gleiches gilt für plasmadiagnostische Messgrößen, die nur bei einem Regelungsansatz verwendet werden. Weitere Prozessregelungsansätze könnten sich aus Kombinationen der beschriebenen Regelgrößen ergeben, da die Kennwerte teilweise auf unterschiedlichen Technologien basieren und daher in Summe eine bessere Beschreibung des aktuellen Prozesszustandes ermöglichen.

## 4 Wissenschaftlicher Ansatz und Zielsetzung

In den Kapiteln zum Stand der Technik sind die Grundlagen und Zusammenhänge bei der Herstellung von Wärmedämmschichten unter Verwendung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses dargestellt worden. Dabei wurden die verschiedenen Einfluss- und Störgrößen des Prozesses mit dem Fokus auf Prozessstabilität und elektrodenschleißinduzierte Prozessveränderungen detailliert erläutert. Zusammenfassend ist festgestellt worden, dass es grundsätzlich möglich ist stabilisierend auf den Plasmaspritzprozess einzuwirken und damit unter anderem die durch Elektrodenerosion verursachten Effekte auszugleichen. Dazu wurden verschiedene Prozessregelungsansätze beschrieben und diskutiert. Auf Basis dieser Erkenntnisse ist dargelegt worden, dass eine hohe Notwendigkeit zur weiteren Forschung und Entwicklung in diesem Bereich besteht, da sich bis jetzt keine Regelungsmethodik etablieren konnte, die eine Erhöhung der Prozessstabilität im industriellen Umfeld ermöglicht.

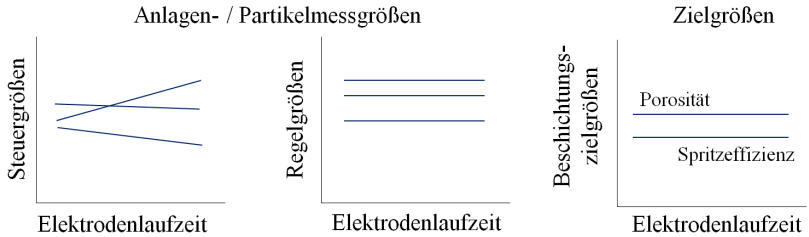
In der vorliegenden Arbeit soll eine neue Regelungsmethodik auf Basis qualitativer und quantitativer Anlagen- und Partikelmessgrößen entwickelt und verifiziert werden. Dieser Ansatz beruht auf der Analyse aus Kapitel 3.4 und wird daher messmethodisch auf partikeldiagnostische Durchschnittsmessgrößen zur Regelung zurückgreifen. Diese sollen über anlagentechnische Steuergrößen unter Zuhilfenahme linearer Regressionsbeziehungen geregelt werden. Für die Umsetzung ist vor allem eine einfache Implementierbarkeit von Bedeutung, damit die Prozessre-

gelungslösung direkt in der Fertigung eingesetzt und damit verifiziert werden kann. Im Vergleich zu den meisten Veröffentlichungen zu diesem Thema liegt der Fokus in der vorliegenden Arbeit nicht auf der direkten Zuordnung der Anlagen- und Partikelparameter zu den Beschichtungseigenschaften, sondern auf der Erhöhung der Prozessstabilität. Dazu gehört auf der einen Seite die Reduktion der inhärenten Prozessvariationen, die im Kurzzeitbereich auftreten und Unterschiede in den einzelnen Beschichtungen der nacheinander prozessierten Bauteile hervorrufen. Auf der anderen Seite geht es insbesondere darum, die aus dem Elektrodenverschleiß resultierenden Langzeiteffekte auf den Prozess zu verringern, um eine gleichbleibende Beschichtungsqualität und damit Leistung des Bauteils im Einsatz zu gewährleisten. Dies ist erforderlich, da eine vollständige Vermeidung des Elektrodenverschleißes und der damit einhergehenden Prozessverschiebungen nach aktuellem Stand der Technik nicht möglich ist.

Zielgrößen der Prozessregelung sind die für den Einsatz in der Gasturbine kritischen Beschichtungseigenschaften, insbesondere die Dicke und Mikrostruktur der Schicht. Dabei wird die Porosität als quantitativer Indikator für Veränderungen der Mikrostruktur verwendet. Außerdem wird zusätzlich das Schichtgewicht als integraler Kennwert für die Schichtdicke über die komplette Schaufel analysiert, da diese in vielen Bereichen des Bauteils nicht präzise messbar ist.

Der Regelungsansatz geht von der Annahme aus, dass eine Stabilisierung der Mikrostruktur (Porosität) und Spritzeffizienz (Schichtdicke, -gewicht) durch Kompensation des elektrodenverschleißinduzierten Abfalls prozesscharakterisierender Anlagen- und Partikelmessgrößen möglich ist (Abbildung 3.10). Dazu müssen Online-Messgrößen als Regelgrößen identifiziert werden, die den Prozesszustand und damit die Beschichtungszielgrößen mit einer ausreichenden Genauigkeit beschreiben, um eine Stabilisierung bewirken zu können. Außerdem müssen Steuergrößen bestimmt werden, welche eine gezielte Variation der Regelgrößen

ermöglichen. Der durch die Prozessregelung angestrebte, idealtypische Verlauf der Systemgrößen ist Abbildung 4.1 qualitativ dargestellt.



**Abb. 4.1:** Prinzipdarstellung des Regelungsansatzes zur Kompensation der verschleißbedingten Effekte auf die Beschichtungszielgrößen im atmosphärischen Plasmaspritzprozess.

Zur Überprüfung der Prozessregelungsansätze sollen Langzeitbeschichtungsversuche über Elektrodenlaufzeiten zwischen 40 und 100 Stunden durchgeführt werden. Dabei werden insbesondere die Veränderungen der Regelgrößen und deren Auswirkungen auf die Beschichtungseigenschaften über die komplette Elektrodenlaufzeit für den unregelmäßig und geregelten atmosphärischen Plasmaspritzprozess detailliert analysiert.

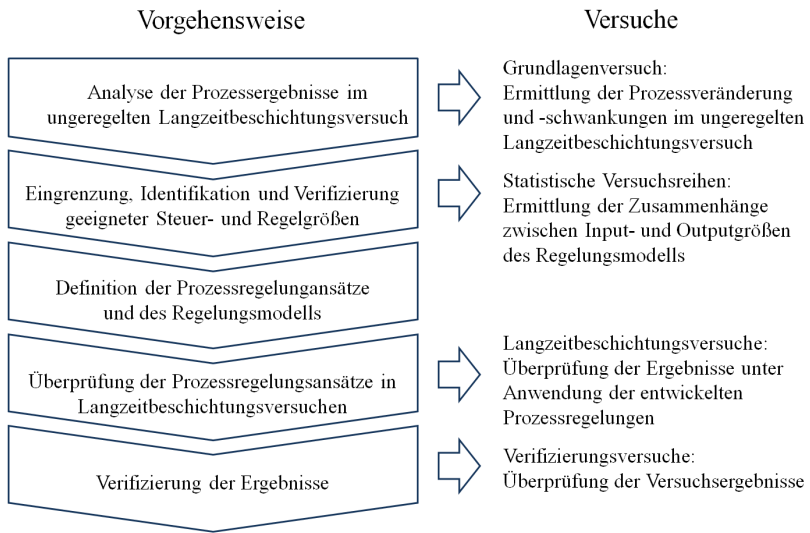
Das übergeordnete Ziel der erhöhten Prozessstabilität liegt darin, die Kosten durch Verringerung der Abweichungen sowie dadurch bedingte Nacharbeit zu reduzieren und die Technologie des thermischen Spritzens langfristig wettbewerbsfähiger zu machen. Außerdem soll die Qualität der Beschichtung durch konstantere Schichteigenschaften erhöht und eine Reduktion der Toleranzen ermöglicht werden. Damit wird beispielsweise eine Verbesserung der Lebensdauer der Beschichtung im Einsatz realisiert.

# 5 Experimentelle Untersuchungen

## 5.1 Vorgehensweise zur Entwicklung der Prozessregelung

Im Folgenden wird die Vorgehensweise erläutert, welche in der vorliegenden Arbeit für die Entwicklung der Prozessregelung zum Einsatz kommt. Die Methodik ist grundsätzlich auch auf alternative thermische Spritzprozesse anwendbar (Abbildung 5.1).

Die Basis für die Prozessregelungsentwicklung bildet die *Analyse der Prozessergebnisse im unregelmäßigem Langzeitbeschichtungsversuch*. Dabei müssen insbesondere die Effekte auf die Beschichtungszielgrößen analysiert werden. Zusätzlich werden alle Messwerte über die Elektrodenlaufzeit aufgenommen, die als mögliche Steuer- oder Regelgrößen fungieren können. Bei der Durchführung dieses Basisversuches sollten externe Einflüsse minimiert werden, um hauptsächlich die inhärenten Prozessvariationen zu ermitteln. Im nächsten Schritt erfolgt die *Eingrenzung, Identifikation und Verifizierung geeigneter Steuer- und Regelgrößen*. Dazu müssen zunächst anhand spezieller Anforderungen geeignete Regelgrößen aus der Vielzahl der möglichen Einflussgrößen identifiziert werden. Diese sollten sich beispielsweise durch Steuergrößen in Echtzeit beeinflussen lassen und einen möglichst signifikanten Einfluss auf die Zielgrößen aufweisen. Dazu wird zunächst eine Regressionsanalyse auf Basis der Daten aus dem unregelmäßigem Langzeitbeschichtungsversuch



**Abb. 5.1:** Vorgehensweise zur Entwicklung einer Prozessregelung für atmosphärische Plasmaspritzprozesse.

durchgeführt. Im Anschluss erfolgt die Ermittlung potenzieller Steuergrößen, mit denen sich die Regelgrößen signifikant beeinflussen lassen. Dazu werden ausführliche statistische Versuchspläne verwendet. Bei der Analyse von Zeitreihendaten ist zudem eine Überprüfung auf Scheinkorrelation erforderlich, da die in der Regressionsanalyse ermittelten Effekte durch den gleichmäßigen, zeitabhängigen Abfall der Messdaten verfälscht werden. Außerdem sind Analysen von Varianz, Sensitivität, Nichtlinearitäten und Wechselwirkungen der verschiedenen Messgrößen zu empfehlen, um sicherzustellen, dass diese als Steuer- und Regelgröße geeignet sind. Nach der Festlegung der Systemgrößen erfolgt die *Definition der Prozessregelungsansätze und des Regelungsmodells*. Dazu werden die Regelgrößen mit dem größten Einfluss auf die Zielgrößen und die Steuergrößen mit dem größten Einfluss auf die Regelgrößen verwendet, um die zu überprüfenden Prozessregelungsansätze zu spezifizieren, welche in Langzeitbeschichtungsversuchen überprüft wer-

den sollen. Außerdem muss das Regelungsmodell spezifiziert und an der Beschichtungsanlage implementiert werden. Im Anschluss erfolgt die *Überprüfung der Prozessregelungsansätze in Langzeitbeschichtungsversuchen*, um die Veränderungen der Beschichtungszielgrößen gegenüber dem unregelmäßigen Beschichtungsprozess zu ermitteln. Die Ergebnisse werden abschließend mit *Verifizierungsversuchen* überprüft, wobei zusätzlich ein alternativer atmosphärischer Plasmaspritzprozess eingesetzt wird.

## 5.2 Anlagenaufbau und Diagnosetechniken

Die keramischen Wärmedämmschichten wurden mit einer stromstärkegeregelten atmosphärischen Plasmaspritzanlage hergestellt. Diese ermöglicht eine präzise Überwachung der elektrischen Parameter wie Stromstärke und Spannung sowie der Plasmagase, Pulvermassenströme und Trägergase. Alle Kenngrößen werden dabei kontinuierlich über Sensoren erfasst und bei einer Soll-Ist-Abweichung automatisch korrigiert [74]. Die Bewegung des Brenners erfolgte mit einem 6-Achs-Roboter.

Zum Beschichten kam ein F4-MB Plasmabrenner zum Einsatz. Dieser verfügt über eine Anode und Kathode und kann bis zu einer Maximalleistung von  $P_{\max} = 55 \text{ kW}$  eingesetzt werden [30]. Die Abnahme der Spannung erfolgte direkt am Brenner, um eine präzise Messung zu ermöglichen. Als Plasmagas wurde ein Argon-Wasserstoff-Gemisch verwendet und der pulverförmige Spritzzusatzwerkstoff ist von oben und unten in den Plasmastrahl injiziert worden (Doppelinjektion). Die verwendeten Kupferelektroden sind im Inneren der Düse bzw. an der Kathodenspitze aus Wolfram gefertigt und die Elektrodenlaufzeit ist vom Hersteller mit circa 40 Stunden angegeben [30, 89].

Die Ermittlung der Partikelstrahleigenschaften erfolgte über ein Accuraspray G3 Messsystem (vgl. Kapitel 3.2.2). Das auf einer Durchschnittemessmethodik basierende System ermöglicht neben der Ermitt-



lung von Partikeltemperatur und -geschwindigkeit, zusätzlich die Bestimmung optischer, partikelstrahlbeschreibender Messgrößen wie der Partikelintensität. Um eine präzise Messung zu ermöglichen, ist auf eine korrekte Konfiguration des Gerätes unter anderem bezüglich Belichtungszeit und Signalverstärkung zu achten. Des Weiteren muss die herstellersistenspezifische Positionierung des Spritzstrahls zum stationären Sensor gewährleistet werden, um genau an dem Punkt die Partikeleigenschaften zu messen, an dem der Partikelstrahl auf die Substratoberfläche trifft [84, 89].

## 5.3 Durchführung der Beschichtungsversuche

Die Beschichtungsversuche wurden systematisch unter Verwendung statistischer Versuchsplanung vorbereitet und durchgeführt. Als Werkstoff ist Yttrium teilstabilisiertes Zirkoniumoxid verwendet worden, welches gemäß dem HOSP-Prozess hergestellt wurde (vgl. Kapitel 2.3.1). Die Beschichtung erfolgte direkt auf den Inconel 625 Schaufelgrundwerkstoff oder X5CrNi18-10 Probenplatten. Beide Werkstoffe wurden vorher aktivierungsgestrahlt, um eine ähnliche Rauigkeit wie die der Haftsicht zu erzeugen. Eine MCrAlY-Beschichtung war für die Versuche nicht erforderlich, da nur die Morphologie der keramischen Wärmedämmschicht untersucht werden sollte. Vor jedem Versuch wurde eine Messung der Anlagen- und Partikelmessgrößen über  $\Delta t = 30\text{ s}$  vorgenommen (1 Messwert pro Sekunde), da einzelne Messgrößen teilweise starke Schwankungen aufweisen (vgl. Kapitel 6.3.1). Die in dieser Arbeit angegebenen Messwerte der Anlagen- und Partikelparameter geben daher (bis auf Kapitel 6.1) den Durchschnitt von 30 Messwerten pro Kenngröße an.

### 5.3.1 Grundlagenversuche

Zur Ermittlung der Beziehungen zwischen den Eingangs- und Ausgangsgrößen des Regelungsmodells sind Grundlagenversuche durchgeführt worden. Im ersten Schritt wurden dabei die Steuergrößen Stromstärke, Primär- und Sekundärgas variiert und der Einfluss auf die Regelgrößen Partikeltemperatur, -intensität, -geschwindigkeit und Spannung ermittelt. Als Parametersatz wurden  $I = 580 \text{ A}$ ,  $\text{Ar} = 40 \frac{\text{l}}{\text{min}}$  (Primärgas) und  $\text{H}_2 = 10 \frac{\text{l}}{\text{min}}$  (Sekundärgas) verwendet. Dabei handelt es sich um einen typischen Parametersatz für atmosphärische Plasmaspritzprozesse [110]. Die Versuchsplanung, Randomisierung und Analyse wurde mit der Statistik Software *Minitab* durchgeführt. Dabei ist ein vollfaktorieller Versuchsplan mit 3 Faktoren und 2 Niveaus ( $2^3 = 8$  Einzelversuche) zur Anwendung gekommen. Aufgrund der Variation der Einzelmesswerte wurde der Versuchsplan jedoch doppelt durchgeführt und es sind jeweils zwei Zentralpunkte hinzugefügt worden, um eine Aussage über die Variabilität und Reproduzierbarkeit treffen zu können. Die Festlegung der Niveaus erfolgte prozentual auf Basis des Startparametersatzes (100 %): Das obere Niveau wurde mit 115 % und das untere Niveau mit 85 % vom Ausgangswert festgelegt. Der 15 %-Abstand ist mithilfe einer Worst-Case-Betrachtung bezüglich des Wasserstoffverhältnisses im Plasmagas bestimmt worden. Dabei wurden für den Ausgangsparametersatz 25 % Wasserstoff als Maximum festgesetzt, um das Erosionsverhalten der Elektroden nicht zu stark zu beeinflussen. In Tabelle 5.1 sind die absoluten Niveaus der Steuergrößen dargestellt.

**Tab. 5.1:** Niveaus zur Ermittlung der Zusammenhänge zwischen potentiellen Steuer- und Regelgrößen.

Systemgröße / Niveau	115 %	100 %	85 %
Stromstärke [A]	667	580	493
Primärgas [ $\frac{\text{l}}{\text{min}}$ ]	46	40	34
Sekundärgas [ $\frac{\text{l}}{\text{min}}$ ]	11,5	10	8,5

In einem zweiten Schritt wurden dann die Einflüsse der ausgewählten Regelgrößen auf die Zielgrößen der Beschichtung ermittelt, wobei der gleiche Versuchsplan angewendet wurde. Die Niveaufestlegung erfolgte jedoch auf Basis des Rückgangs der gewählten Regelgröße im ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuch und wurde daher auf plus/minus die Hälfte der Spannweite der Regelgrößen in diesem Versuch festgelegt. Damit ist sichergestellt worden, dass die Regelung die kompletten elektrodenverschleißinduzierten Effekte auf die Beschichtung kompensieren kann. Die Beschichtung erfolgte auf Probenplatten der Größe 80 x 100 x 3 mm.

### 5.3.2 Langzeitbeschichtungs- und Regelungsversuche

Für die vorliegende Arbeit wurden fünf Langzeitbeschichtungsversuche von insgesamt über 200 Stunden Laufzeit durchgeführt. Die Ergebnisse sind dabei produktionsnah durch Beschichtung von in der Fertigung verwendeten, geometrisch komplexen Turbinenschaufeln ermittelt worden. Jeder Langzeitbeschichtungsversuch besteht aus einer Vielzahl einzelner Versuche, deren Ergebnisse in ihrer Gesamtheit den ungeregelten und geregelten Verlauf der Systemgrößen über die Elektrodenlaufzeit darstellen.

Zur Ermittlung des Schichtgewichts wurden Turbinenschaufeln der Stufe 2 verwendet, die nach jedem Beschichtungsversuch entschichtet und dann im nächsten Versuch neu beschichtet wurden. Die Evaluierung der Mikrostruktur erfolgte durch die zusätzliche Beschichtung von Probenplatten, die direkt vor der Schaufelbeschichtung durchgeführt wurde. Diese Platten wurden im Anschluss metallografisch untersucht. Ein Einzelversuch besteht damit aus jeweils einer Schaufel- und einer Probenplattenbeschichtung.

Grundlage für spätere Versuchsreihen und Regelungsansätze waren die Ergebnisse des ungeregelten Versuches (Kapitel 6.1). Dieser wurde mit komplett konstanten Beschichtungsparametern durchgeführt. Nur

die Anlagenparameter, wie die Stromstärke oder Plasmagase, wurden von der Anlage automatisch auf den vorgegebenen Sollwerten gehalten. Auf Basis der Ergebnisse der Grundlagenversuche wurden im Anschluss die verschiedenen Regelungsansätze entwickelt und in Langzeitbeschichtungsversuchen verifiziert (Kapitel 6.4.1 und 6.4.2). Dabei sind je nach Regelungsansatz die gewählten Regelgrößen mithilfe definierter Steuergrößen gezielt beeinflusst und damit konstant gehalten worden. Die Regressionsbeziehungen wurden unter Zuhilfenahme einer doppelt ausgeführten, vollfaktoriellen  $2^3$ -Versuchsreihe gemäß Kapitel 5.3.1 ermittelt.

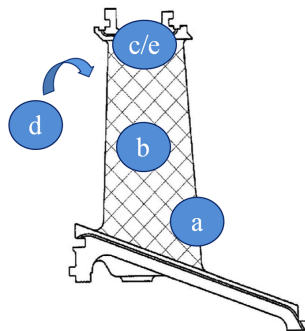
Zur Überprüfung der Ergebnisse wurden Verifizierungsversuche durchgeführt, um die entwickelte Prozessregelung mit dem unregulierten Beschichtungsprozess, sowie der Leistungsregelung zu vergleichen. Zur Vermeidung einer möglichen Beeinflussung durch Elektrodenqualität, Pulverchargenunterschiede, Regelungsvariation durch die Maschinenbediener oder Erosionsverhalten der Elektroden wurde ein Ansatz gewählt, der nur auf einem Langzeitversuch basiert. Dabei sind die Ergebnisse des unregulierten Versuches (A), der Leistungsregelung (B) und der neu entwickelten Regelungen (C, D) gleichzeitig verifiziert worden. Über die Versuchsdauer von knapp 70 Stunden sind kontinuierlich Versuche in der Reihenfolge A, B, C, D, A usw. durchgeführt worden. Als Parametersatz des Prozesses wurde wie bei den Grundlagenversuchen  $I = 580 \text{ A}$ ,  $PG = 40 \frac{1}{\text{min}}$  und  $SG = 10 \frac{1}{\text{min}}$  verwendet [110]. Die Versuchsreihen und Niveaus zur Ermittlung der Zusammenhänge zwischen Steuer- und Regelgrößen sind analog zu den Grundlagenversuchen (Kapitel 5.3.1) durchgeführt worden. Der Abbruch des Versuches erfolgte anhand des Schichtgewichtsabfalls im unregulierten Teilversuch, wobei aufgrund der Streuung zwei nacheinander folgende Werte außerhalb des Toleranzbandes von  $\pm 10\%$  als Kriterium festgelegt wurden. Um aufgrund der begrenzten Versuchszeit im Vergleich zu den bisherigen Versuchen eine ähnliche Anzahl von Messwerten pro Regelungsansatz zu generieren, wurden jedoch keine Turbinenschaukeln, sondern Proben-

platten der Größe 400 x 400 x 5 mm zur Ermittlung des Schichtgewichts verwendet. Durch die kürzere Beschichtungszeit sind dadurch mehr Einzelwerte für eine Detailanalyse der Daten erzeugt worden. Trotzdem wurden für die *Leistungs-* und *T,v,U-Regelung* insgesamt weniger Teilversuche durchgeführt, da der Vergleich zwischen *Int,v,U-Regelung* und ungeregeltem Beschichtungsprozess im Vordergrund stand. Bei der Leistungsregelung ist die Bruttoleistung konstant gehalten worden, indem bei gleichbleibender Stromstärke der kontinuierliche Spannungsabfall durch Erhöhung des sekundären Plasmagases (Wasserstoff) kompensiert wurde. Zur Mikrostrukturanalyse sind 80 x 100 x 3 mm Probenplatten beschichtet und metallografisch analysiert worden.

Der abschließende Versuch zur Überprüfung der Regelung anhand eines alternativen Plasmaspritzprozesses wurde mit einer veränderten Konfiguration und einer Elektrodenlaufzeit von 100 Stunden durchgeführt. Dabei ist mit  $I = 650 \text{ A}$ ,  $PG = 60 \frac{1}{\text{min}}$ ,  $SG = 12 \frac{1}{\text{min}}$  ein angepasster Parametersatz für die Beschichtung verwendet worden, der für den veränderten Düsendurchmesser von  $\varnothing = 8 \text{ mm}$  geeignet ist. Im Gegensatz zu den Grundlagenversuchen wurde zudem agglomeriert-gesintertes Zirkoniumoxid als Spritzwerkstoff eingesetzt. Aufgrund der veränderten Parameter mit einem reduzierten Wasserstoffverhältnis und auf Basis von Erfahrungswerten ist bei diesem Versuch mit grundsätzlich längeren Elektrodenlaufzeiten gerechnet worden. Da zudem eine aufwendige Auswertung von Schichtdicke und Porosität in verschiedenen Bereichen der Schaufel erfolgen sollte, wurden nicht kontinuierlich über die komplette Versuchslaufzeit Schaufeln beschichtet, sondern zu gleichmäßig über die Elektrodenlaufzeit verteilten Zeitpunkten. Aufgrund der angenommenen Elektrodenlaufzeit von 100 Stunden wurden daher unter kontinuierlicher Belastung der Elektroden ungefähr im Abstand von 25 Stunden, also zum Versuchsstart und nach 25, 50, 75 und 100 Stunden die Versuche durchgeführt. Dabei wurde jeweils eine Turbinenschaufel mit dem ungeregelten Prozess und eine weitere unter Anwendung der *Int,v,U-Regelung* beschichtet. Zur Analyse der Beschich-

tung an verschiedenen Bereichen der Turbinenschaufel wurden an den Untersuchungspunkten dünne Inconel-Plättchen aufgeschweißt, welche nach der Beschichtung abgetrennt und untersucht wurden. Damit ist eine detaillierte und aussagekräftige Auswertung der Schichtdicke und Porosität auch in Bereichen mit komplexen Geometrien möglich. Die verschiedenen Arten von Wölbungen, welche an den Turbinenschaufeln untersucht wurden, sind in Abbildung 5.2 dargestellt. Dabei sind alle Bereiche an Saug- und Druckseite, sowie Schaufelfuß und -kopf berücksichtigt worden. Auf dieser Grundlage können alle wichtigen Bereiche des Bauteils analysiert werden. Wie in den bisherigen Versuchen wurden die Regressionszusammenhänge in Versuchsreihen ermittelt (vgl. Anhang I). Die verwendeten Niveaus betragen jedoch in diesem Fall  $\pm 10\%$ , da aufgrund der anlagentechnischen Leistungsgrenze die Erhöhung auf  $+15\%$  nicht möglich war. Während des Regelungsversuches ist diese Einschränkung jedoch nicht relevant, weil der Spannungsabfall einen Leistungsabfall bewirkt und damit eine stärkere Steuergrößenerhöhung ermöglicht.

Geometrische Form Beschichtungsrichtung →	Messpunkt
a) stark konvex ( )	Eintrittskante
b) leicht konvex ( )	Saugseite Blatt
c) ebene Fläche	Schaufelkopf /-fuß
d) leicht konkav ( )	Druckseite Blatt
e) stark konkav ( )	Radien



**Abb. 5.2:** Übersicht der an Gasturbinenschaufeln zu beschichtenden geometrischen Formen und der in der vorliegenden Arbeit verwendeten Messpunkte.

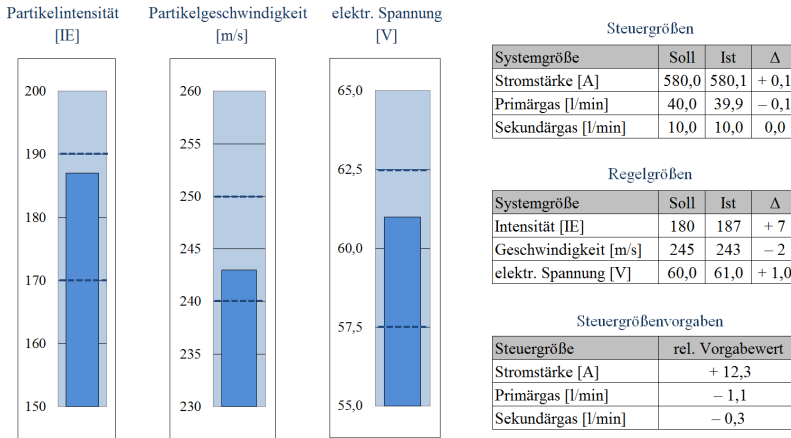
Die Ergebnisse der Regelungsversuche sind grundsätzlich stark von dem Verschleiß der Elektroden abhängig. Deshalb müssen diese bis an

ihre Lebensdauerbegrenzung verwendet werden, um Veränderungen bezüglich der Beschichtungsergebnisse zu bewirken. Da jedoch für die Versuche nur eine begrenzte Anlagenzeit zur Verfügung stand, wurde für den Fall eines zu langsamen Verschleißes ein Verfahren entwickelt, um die Elektroden in den durchschnittlichen Verschleißzustand zu versetzen. Dabei wurde der Plasmabrenner in regelmäßigen Abständen mit Parametersätzen mit höherer Leistung betrieben, um eine Erhöhung des Elektrodenverschleißes zu bewirken. Diese auf empirischen Daten basierende Methodik kann den vorgegebenen Verschleißzustand nur näherungsweise gewährleisten, ist jedoch in Ausnahmefällen die einzige Möglichkeit die Versuche in der vorgegebenen Versuchszeit abzuschließen und damit aussagekräftige Ergebnisse zu generieren.

### **Durchführung der Prozessregelung**

Für die Prozessregelung ist ein Algorithmus entwickelt worden, der auf Basis der Echtzeitmessgrößen die Berechnung der Vorgabewerte der Steuergrößen übernahm. Dazu wurden sowohl die Anlagenparameter über eine Datalogger Software als auch die Partikelkenngrößen aus dem Accuraspray-G3 Messgerät in Echtzeit ausgelesen und grafisch über die Prozessregelungssoftware dargestellt (Abbildung 5.3). Die Software berechnet die durch den Maschinenbediener einzugebenden Steuergrößenvorgaben, welche erforderlich sind, um die Regelgrößen bei einer Abweichung wieder in das definierte Prozessfenster zu steuern. Dazu werden aus den zum Startzeitpunkt der Elektrode ermittelten Sollwerten und den gemessenen Istwerten die Regelabweichungen berechnet und mithilfe der vorher aus den Grundlagenversuchen ermittelten Regressionsbeziehungen die neu einzugebenden Anlagenparameter bestimmt. Nach erfolgreicher Regelung wird die 30-Sekunden-Messung zur Ermittlung aller Messgrößen durchgeführt und der Beschichtungsversuch gestartet. Bei dieser Vorgehensweise handelt es sich daher um ein computergestütztes, semi-automatisches Regelungsverfahren. Eine

Beschreibung des zugrunde liegenden Regelungsmodells mit den detailierten Berechnungsmethodiken ist in Kapitel 6.3.3 dargestellt.



**Abb. 5.3:** Bedienoberfläche der Regelungssoftware zur Ermittlung der Steuergrößenvorgabewerte auf Basis der Regelgrößen Partikelintensität, -geschwindigkeit und elektrischer Spannung.

## 5.4 Messtechnik und optische Mikrostrukturanalyse

Für die Ermittlung der Bauteil- und Beschichtungseigenschaften wurde eine Vielzahl an Messtechniken verwendet. Bei der Auswahl der Systeme ist darauf geachtet worden, eine höchstmögliche Präzision bei den Messungen zu gewährleisten.

### Schichtgewichts- und Schichtdickenermittlung

Die Probenplatten und Turbinenschaufeln wurden vor und nach der Beschichtung mit einer Präzisionswaage (Eichwert  $e = 0,1 \text{ g}$ ) gewogen. Die Schichtdickenbestimmung der Probenplatten wurde mithilfe eines Wirbelstrommessgerätes durchgeführt. Dazu wird eine Messsonde auf

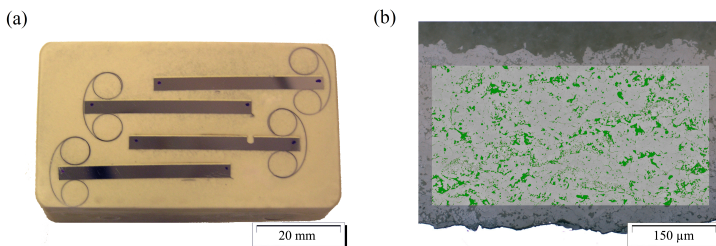


der zu messenden Stelle aufgesetzt und die Schichtdicke auf Basis der Veränderung eines hochfrequenten magnetischen Wechselfeldes ermittelt. Das Gerät muss zuvor auf dem Grundwerkstoff justiert werden. Trotzdem treten Ungenauigkeiten aufgrund der Rauigkeit der Keramikschicht und des zugrunde liegenden Substrates auf. Aus diesem Grund wurde die Messung der Schichtdicke an neun gleichmäßig über die Probenplatte verteilten Punkten durchgeführt und der Durchschnitt ermittelt. Zur Kontrolle wurde die Schichtdicke teilweise zusätzlich anhand der metallografischen Schliffe verifiziert.

### Metallografische Präparation und optische Mikrostrukturanalyse

Zur Evaluierung der Mikrostruktur und Quantifizierung der Porosität wurden die Probenplatten und Inconel-Streifen getrennt, eingebettet und dann mit kleiner werdender Körnung geschliffen und poliert. Die Präparation von keramischen Beschichtungen ist dabei im Vergleich zu anderen Materialien aufwendig und fehleranfällig [17, 119].

Anhand des metallografischen Schliffes (Abbildung 5.4a) erfolgte die Evaluierung der Mikrostruktureigenschaften durch optische Bildanalyse mit einem Auflichtmikroskop. Dabei werden Bilder der Schicht mit hohem Vergrößerungsfaktor aufgenommen und über eine softwaregestützte Analyse der Grauwertanteile die Schichtporosität bestimmt (Abbildung 5.4b).



**Abb. 5.4:** (a) Metallografischer Schliff mit vier eingebetteten Probenplatten nach dem Schleifen und Polieren und (b) Porositätsmessung einer atmosphärisch plasmagespritzten, keramischen Wärmedämmschicht mit einer Porosität von 12,5 %.

Insgesamt müssen bei der Porositätsermittlung alle Prozessschritte mit hoher Sorgfalt durchgeführt werden, um präzise Ergebnisse zu erzielen, da bereits kleine Änderungen am Präparations- und Messprozess zu signifikanten Ergebnisvariationen führen können [4]. Um eine erhöhte Sicherheit gegenüber Ausreißern zu gewährleisten, wurden in der vorliegenden Arbeit pro Probenplatte und Versuch vier Messungen in verschiedenen Bereichen durchgeführt und der Durchschnitt ermittelt.

## 6 Ergebnisse und Diskussion

Die Entwicklung einer Regelung für Plasmaspritzprozesse ist aufgrund der mehrdimensionalen Zusammenhänge nur mit einer systematischen Vorgehensweise in Kombination mit fundierten statistischen Methoden realisierbar. Die in der vorliegenden Arbeit verwendete Methodik ist detailliert in Kapitel 5.1 dargestellt worden. Die Ergebnisse des ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuches (Kapitel 6.1) sowie der zu überprüfenden Prozessregelungsansätze (Kapitel 6.4.1 und 6.4.2) sind zur besseren Vergleichbarkeit normiert worden. Die Versuche zur Ermittlung der Zusammenhänge zwischen Steuer-, Regel- und Beschichtungszielgrößen, sowie die Verifizierungsversuche sind hingegen mit absoluten Werten dargestellt, um eine Transparenz der Beschichtungsparameter zu gewährleisten.

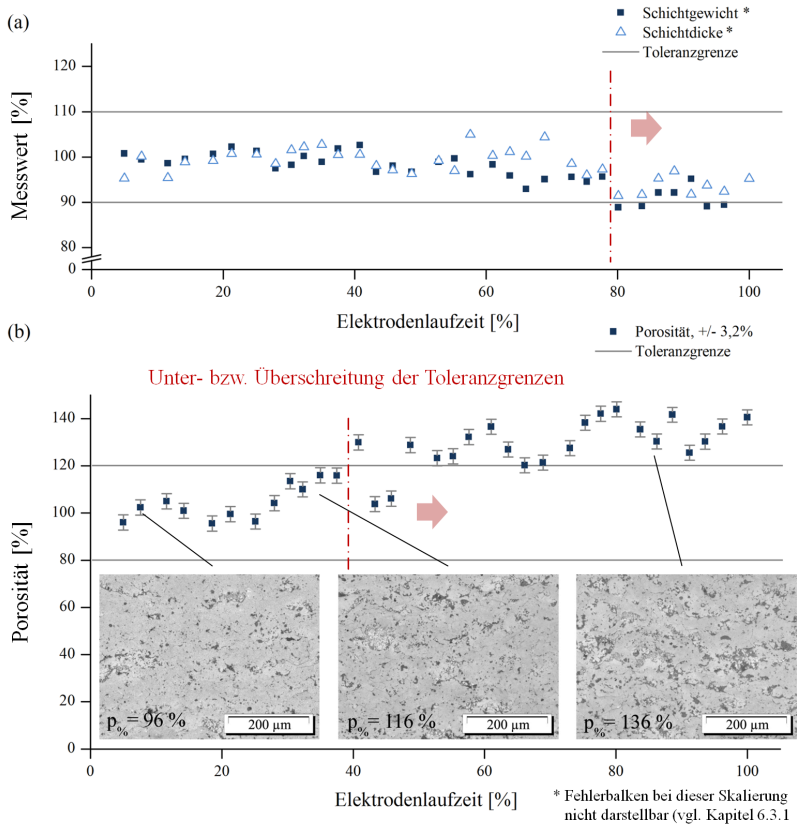
Die Ergebnisse der Beschichtungsversuche werden zu Prozessanforderungen ins Verhältnis gesetzt, die in der industriellen Fertigung verwendet werden: Bei Schichtdicke und Schichtgewicht wird ein Toleranzband von  $\Delta D = \Delta G = \pm 10\%$  verwendet, während bei der Porosität aufgrund der messtechnisch bedingten, höheren Schwankungsbreite ein Bereich von  $\Delta p = \pm 20\%$  festgelegt wird. Die Zentrierung des Toleranzbereiches erfolgt auf den Mittelwert der ersten 25 % der Messwerte. Dabei werden Werte mit einer Abweichung von mehr als  $\frac{1}{3}$  des Toleranzbandes vom Mittelwert nicht berücksichtigt, damit Ausreißer keine zu starken Auswirkungen auf die Analyseergebnisse haben. Die Berechnung der statistischen Kenngrößen erfolgt auf Basis eines Signifikanzniveaus von  $\alpha = 5\%$ .

## 6.1 Analyse der Prozessveränderungen im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung

Für die Analyse der Prozessstreuung und der Prozessveränderungen über die Elektrodenlaufzeit wurde ein Langzeitbeschichtungsversuch durchgeführt. Dazu sind über einen Zeitraum von mehr als 40 Stunden Turbinenschaufeln beschichtet und die Veränderungen der kritischen Beschichtungszielgrößen Schichtdicke, Schichtgewicht und Porosität ermittelt worden. Zur Minimierung der Effekte externer Störgrößen wurde der Plasmabrenner während der Versuchslaufzeit nicht ausgeschaltet, um einen Verschleiß aufgrund der Neuzündungen zu vermeiden. Die Messergebnisse in diesem Versuch sind normiert worden und daher prozentual dargestellt, wie auch in den späteren Langzeitbeschichtungsversuchen in Kapitel 6.4.1 und 6.4.2. Der Bezugswert 100 % liegt für die Elektrodenlaufzeit bei über 40 Stunden, da diese Versuchsdauer als Standard für die Elektrodenlebensdauer beim F4-Brenner unter Verwendung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses angesehen werden kann [40, 57]. Die dargestellten Messergebnisse wurden normiert auf den Mittelwert der Messwerte aus den ersten 25 % der Elektrodenlaufzeit. Dadurch sind über die komplette Versuchslaufzeit die Abweichungen zum Messwert bei Versuchsstart ablesbar. Aufgrund dieser relativen Darstellung können auch Werte über 100 % auftreten. Dabei ist zu beachten, dass es sich nicht um absolute Messwerte der Kenngrößen handelt, da beispielsweise Porositätswerte über 100 % physikalisch nicht sinnvoll interpretiert werden können.

### Auswertung der Beschichtungsergebnisse

Die Beschichtungszielgrößen weisen im unregelmäßigen Langzeitbeschichtungsversuch starke Prozessschwankungen bezogen auf die vorgegebenen Toleranzgrenzen auf (Abbildung 6.1).



**Abb. 6.1:** Beschichtungsergebnisse über der Elektrodenlaufzeit im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung (Laufzeit > 40 h): (a) Schichtdicke und Schichtgewicht; (b) Porosität, ergänzt um die Darstellung charakteristischer Schichtmikrostrukturen.

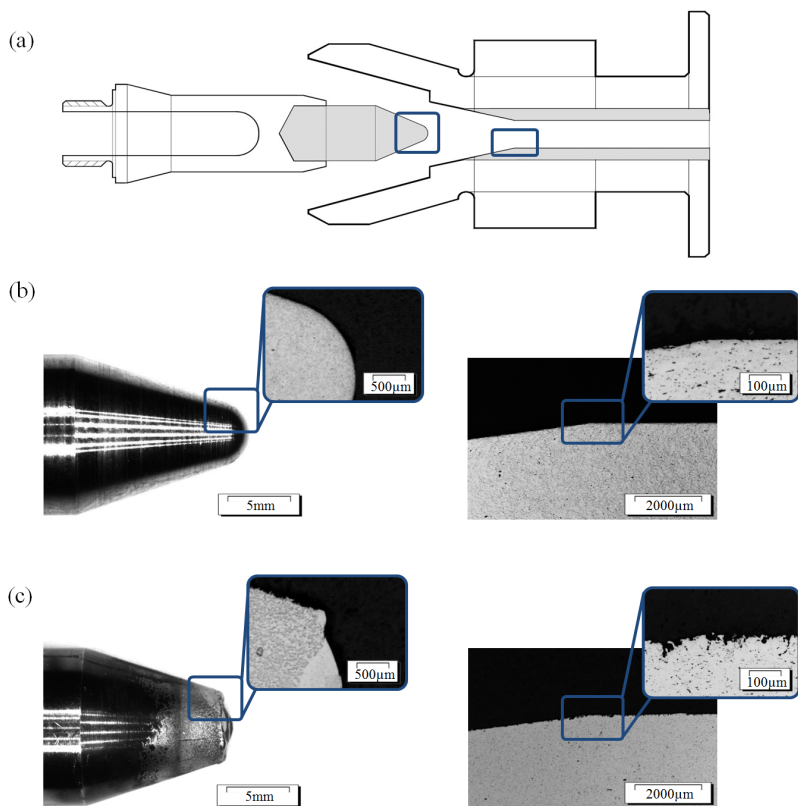
Beim Schichtgewicht ist ein kontinuierlicher Rückgang um bis zu 12 % zu beobachten. Auch bei der Schichtdicke ist ein klarer Trend zu erkennen. Diese erhöht sich zur Mitte der Elektrodenlaufzeit zunächst um etwa 5 % und fällt daraufhin um ungefähr 15 % ab. Bei der Porosität zeigt sich genau der umgekehrte Verlauf und es ist ein kontinuierlicher, teilweise wellenartiger Anstieg um bis zu 45 % zu beobachten. Insgesamt

werden die Toleranzgrenzen damit bereits nach Elektrodenlaufzeiten von 40 % (Porosität) und 80 % (Schichtdicke) über- bzw. unterschritten. Dies ist anhand der Mikrostruktur überprüfbar, welche sich über die Elektrodenlaufzeit signifikant verändert: zu Beginn ist eine relativ porenarme Schichtstruktur erkennbar, deren relative Porosität jedoch über die Zeit kontinuierlich auf mehr als 136 % ansteigt.

Der qualitative, trendbehaftete Verlauf der Beschichtungszielgrößen ist bereits im Theorieteil auf Basis der Literaturrecherche erklärt und mit den Ergebnissen aus diesem Versuch bestätigt worden. Das Ausmaß der Schwankungen über die Elektrodenlaufzeit, insbesondere der Porosität, wurde jedoch nur von wenigen Autoren beschrieben. Es ist zu erkennen, dass die Schichtdicke im Vergleich zum Schichtgewicht einen geringeren Abfall aufweist. Dies ist wahrscheinlich auf die relativ starke Porositätssteigerung zurückzuführen, da durch eine gesteigerte Porosität bei gleichem Schichtgewicht eine höhere Schichtdicke realisiert wird. Trotz dieses Unterschiedes weisen Schichtdicke und -gewicht einen signifikanten Zusammenhang und eine mittlere Korrelation auf (p-Wert: 0,00;  $|r| = 0,59$ ).

Die verschleißinduzierenden, physikalischen Effekte wurden bereits in Kapitel 2.3.3 erläutert. In Abbildung 6.2 ist der Verschleiß der verwendeten Elektroden anhand von mikro- und makroskopischen Aufnahmen dargestellt. Im Vergleich zum neuen Elektrodenpaar (Abbildung 6.2b) zeigen die Elektroden nach dem Ausbau (Abbildung 6.2c) teilweise starken Verschleiß. An der Kathode ist neben einem Materialabtrag an der Spitze ein teilweise stark oxidiertes Bereich zu erkennen. Im Inneren der Anode ist die Oberfläche zudem durch Unebenheiten gekennzeichnet. Beide Effekte sind auf den Lichtbogen zurückzuführen, der die Kathodenspitze anschmilzt und gleichzeitig Beschädigungen beim Ansetzen auf der Anode verursacht (vgl. Kapitel 2.3.3).

Trotz des starken Verschleißes liegt die Streuung der Messergebnisse von Schichtdicke und -gewicht unter Berücksichtigung der Messungenauigkeiten (vgl. Kapitel 5.4), Prozessstörgrößen (vgl. Kapitel 2.3.2)



**Abb. 6.2:** Mikro- und makroskopische Veränderungen an Kathode und Anode über die Elektrodenlaufzeit aufgrund von Verschleiß: (a) Untersuchte Bereiche der Elektroden, (b) neue Elektrode, (c) Elektrode nach Langzeitbeschichtungsversuch.

und des Trends auf insgesamt niedrigem Niveau, auch wenn beispielsweise bei 65 % Elektrodenlaufzeit eine leicht erhöhte Abweichung zwischen den beiden Messgrößen festgestellt wurde. Bezüglich der Porosität liegt die Streuung ebenfalls innerhalb des erwarteten Bereiches, da bei Nichtbeachtung der trendbedingten Schwankungen nur eine relativ geringe Prozessvarianz feststellbar ist. Aus diesem Grund erfolgt in

Kapitel 6.4.3 eine Analyse der trendbereinigten Schwankungen. Grundlegender Nachteil von Trends in Fertigungsprozessen ist jedoch der verringerte Abstand des Mittelwertes der Prozessmessgröße zu den Toleranzgrenzen bei unterschiedlichen Prozesszuständen. Dadurch müsste das festgelegte Toleranzband theoretisch um die trendbedingte Schwankungsbreite des Prozesses erweitert werden, um zu allen Prozesszuständen die gleiche Prozessfähigkeit zu erreichen, wie bei einem Prozess ohne Trend. Die Prozessstabilität bezüglich der festgelegten Toleranzgrenzen beträgt für die Schichtdicke  $c_{pk} = 0,7$  und für das Schichtgewicht  $c_{pk} = 0,6$ . Aufgrund des starken Porositätsanstiegs über der Versuchslaufzeit liegt die Prozessfähigkeit dieser Messgröße mit  $c_{pk} = 0,02$  nur knapp im positiven Bereich.

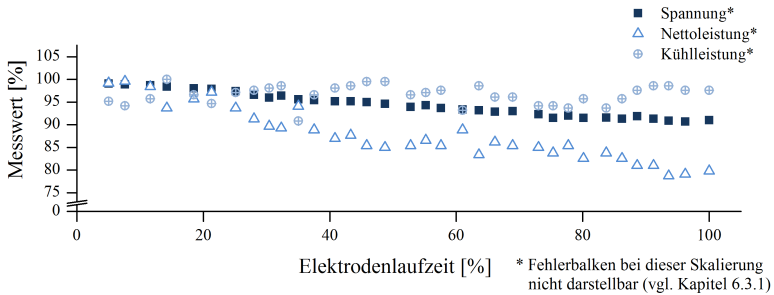
Damit kann abschließend festgehalten werden, dass kein  $c_{pk}$ -Wert der Beschichtungszielgrößen der geforderten Prozessfähigkeit von  $c_{pk} \geq 1,33$  entspricht. Die zeitabhängigen Verläufe der Zielgrößen zeigen darüber hinaus, dass der vorgegebene Toleranzbereich vom unregelmäßigen Beschichtungsprozess bezüglich Schichtgewicht und -dicke nur unter Optimalbedingungen eingehalten werden kann. Die Toleranzgrenze bezüglich der Porosität wurde in diesem Versuch bereits nach weniger als der Hälfte der Versuchszeit überschritten. Es ist zudem davon auszugehen, dass die trendbedingten Abweichungen bezüglich aller Beschichtungszielgrößen weiter zugenommen hätten, wenn der Versuch weiter gelaufen und nicht aufgrund einer vorher festgelegten Versuchslaufzeit abgebrochen worden wäre.

### **Auswertung der Anlagenparameter und Partikelmessgrößen**

Die meisten anlagentechnischen Einstellgrößen werden von modernen Beschichtungsanlagen geregelt. Daher ist nur eine begrenzte Anzahl von Messgrößen für die Untersuchung der Prozessschwankungen geeignet: Neben der Kühlleistung sind insbesondere die elektrischen Kennwerte Spannung und Leistung von Bedeutung. Der zeitliche Verlauf von



Spannung, Nettoleistung und Kühlleistung ist in Abbildung 6.3 dargestellt.

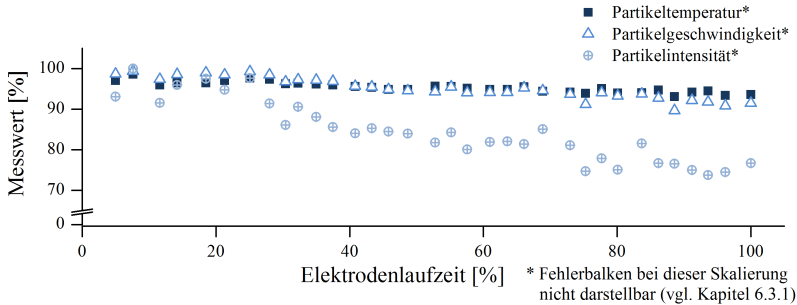


**Abb. 6.3:** Normierte Messergebnisse von elektrischer Spannung, Nettoleistung und Kühlleistung über der Elektrodenlaufzeit im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung.

Es ist ein kontinuierlicher Abfall der Spannung um bis zu 9 % zu beobachten. Da es sich um eine stromgeregelter Anlage handelt, entspricht dies dem Abfall der Bruttoleistung. Die Kühlleistung weist im Gegensatz dazu keinen Trend über die Elektrodenlaufzeit auf. Sie schwankt jedoch in einem Streubereich von 5 % bis 10 %. Aus diesem Grund nimmt die Nettoleistung linear ab, da diese durch Subtraktion der Kühlleistung von der Bruttoleistung approximiert wird. Aufgrund des relativ hohen Anteils der Kühlleistung nimmt die Nettoleistung insgesamt jedoch mit bis zu 20 % stärker ab als Spannung und Bruttoleistung.

Der Abfall der Nettoleistung bewirkt eine Energiereduktion im Plasma- und Partikelstrahl. Dies ist anhand des abfallenden Temperatur-, Geschwindigkeits- und Intensitätsverlaufes der Partikeleigenschaften im Flug über die Elektrodenlaufzeit erkennbar (Abbildung 6.4). Die drei Messgrößen zeigen einen relativ linear fallenden Verlauf. Dabei ist bezüglich der Partikelintensität mit mehr als 25 % ein deutlich stärkerer Abfall feststellbar, als für Partikeltemperatur und -geschwindigkeit mit 5 % und 7 %. Die höhere Sensitivität der Intensität ist physikalisch als Abfall der Helligkeit des gesamten Spritzstrahls zu interpretieren,

während im Zentrum des Strahls – an dem Temperatur und Geschwindigkeit ermittelt werden – ein geringerer Abfall der Messgrößen zu beobachten ist (vgl. Kapitel 3.2 und 6.3.1).



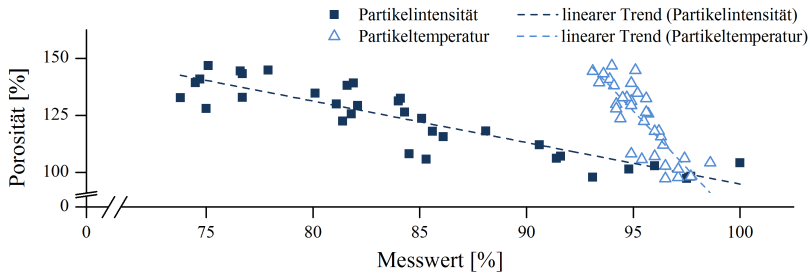
**Abb. 6.4:** Normierte Messergebnisse von Partikeltemperatur, -geschwindigkeit und -intensität über der Elektrodenlaufzeit im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung.

Der elektrodenverschleißbedingte Rückgang der Spannung wurde bereits im Grundlagenteil als Ausgangspunkt für die Prozessveränderungen über die Versuchslaufzeit identifiziert. Der in diesem Versuch ermittelte Spannungsverlauf entspricht dem aus Kapitel 2.3.3 (Abbildung 2.10, Versuch A: ohne Neuzündung), wobei auf Basis des Spannungsabfalls davon auszugehen ist, dass der Versuch vor dem Erreichen von Bereich III abgebrochen wurde. Sowohl der Spannungs- und Leistungsverlauf als auch der Rückgang der Partikelmessgrößen bestätigen damit die im Theorieteil beschriebenen Grundzusammenhänge. Im Gegensatz zu den anderen Messgrößen zeigt die Kühlleistung jedoch keinen Trend über die Versuchslaufzeit, sondern teilweise periodische Schwankungen, welche beispielsweise auf eine zyklische Veränderung der Kühlwassertemperatur zurückgehen könnten. Grundsätzlich ist auch bei der Kühlleistung ein fallender Verlauf erwartet worden, da die reduzierte Bruttoleistung bei der Annahme eines konstanten Wirkungsgrades zu einer reduzierten Wärmeübertragung an das Kühlwasser führen müsste. Die Berechnung des Wirkungsgrades (Nettolei-

stung bezogen auf die Bruttoleistung) ergibt daher auch einen sinkenden Trend von durchschnittlich 56 % auf 51 % über die Elektrodenlaufzeit. Die restlichen Anlagenparameter wie Stromstärke, Primär- und Sekundärgas, Trägergas und Pulvermassenstrom werden von der Beschichtungsanlage geregelt und konstant gehalten. Eine ausführliche Analyse der Kurzzeitschwankungen dieser Messgrößen erfolgt in Kapitel 6.3.1.

Im Vergleich zu den Anlagenmessgrößen, wie Spannung und Nettoleistung, fällt der relative Rückgang der Partikelkenngrößen Temperatur und Geschwindigkeit gering aus. Bei prozesstypischen Messwerten von  $T = 2500 - 3000 \text{ }^{\circ}\text{C}$  und  $v = 150 - 250 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  ist die absolute Abweichung jedoch nicht zu vernachlässigen (vgl. Kapitel 2.3.2). Diese muss insbesondere berücksichtigt werden, da die Spritzeffizienz bei thermischen Spritzprozessen bei Unterschreitung eines bestimmten Partikelauflaufschmelzniveaus überproportional abfallen kann. Dies könnte ein Grund für den leicht quadratisch verlaufenden Abfall von Schichtdicke und Schichtgewicht über der Elektrodenlaufzeit darstellen (Abbildung 6.1a). Eine Diskussion der im Vergleich zu Partikeltemperatur und -geschwindigkeit starken Veränderungen der Partikelintensität erfolgt in Kapitel 6.4.4.

Zur Illustration der Zusammenhänge zwischen Partikelmessgrößen und Beschichtungszielgrößen ist in Abbildung 6.5 beispielhaft die Porosität in Abhängigkeit von Partikeltemperatur und -intensität dargestellt. Bei der einfachen linearen Regression ergeben sich für beide Partikelgrößen in Bezug auf die Porosität signifikante Beziehungen ( $p\text{-Wert} = 0,00$ ;  $|r| > 0,8$ ). Daher würden beide Messgrößen grundsätzlich für eine Prozessregelung infrage kommen. Eine umfangreiche Analyse der Zusammenhänge zwischen Anlagen- und Partikelmessgrößen in Bezug auf die Beschichtungszielgrößen erfolgt in Kapitel 6.2.1 bei der Identifizierung der möglichen Steuer- und Regelgrößen.



**Abb. 6.5:** Korrelation der Partikelkenngößen Temperatur und Intensität bezüglich der Beschichtungszielgröße Porosität im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung.

In der Gesamtbetrachtung sind eine prozesstypische Streuung im Kurzzeitbereich und, wie in Kapitel 3.4 beschrieben, ein langfristiger Trend für alle drei Beschichtungszielgrößen ermittelt worden (vgl. Abbildung 3.10). Obwohl dieser Versuch mit reduzierten Einflussgrößen durchgeführt wurde (keine Brennerneuzündungen), überschreiten die ermittelten Prozessschwankungen die vorgegebenen Toleranzgrenzen teilweise um ein Vielfaches. Aus diesem Grund ist der unregelmäßige atmosphärische Plasmaspritzprozess nur eingeschränkt geeignet, um in der Serienfertigung gleichbleibende Prozessergebnisse zu erzeugen und damit den Anforderungen, insbesondere an die Porosität, gerecht zu werden.

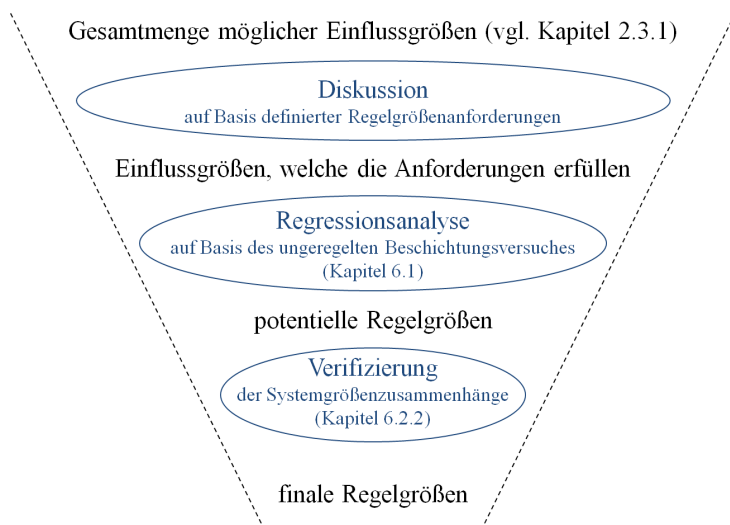
## 6.2 Ermittlung der Systemgrößen und Prozessregelungsansätze

Für die Umsetzung einer effektiven Prozessregelung ist neben dem Prozessregelungsverfahren vor allem die Auswahl geeigneter Systemgrößen von Bedeutung. Im Folgenden werden zunächst die potenziellen Regel- und Steuergrößen auf Basis einer grundlagenbasierten Diskussion in Verbindung mit einer Regressionsanalyse identifiziert. Darauf folgt die

Ermittlung der Abhängigkeiten zwischen den Steuer-, Regel- und Beschichtungszielgrößen. Abgeschlossen wird das Kapitel mit der Festlegung der zu überprüfenden Prozessregelungsansätze.

### 6.2.1 Ermittlung potenzieller Steuer- und Regelgrößen

Für die Auswahl der Systemgrößen zur Implementierung einer Prozessregelung kommt grundsätzlich eine Vielzahl an Einflussfaktoren infrage. Daher werden zunächst die potenziellen Steuer- und Regelgrößen in einer theorie- und grundlagenbasierten Diskussion auf Basis von definierten Anforderungen eingegrenzt. Im Anschluss werden mithilfe einer Regressionsanalyse und weiterer statistischer Methoden die potenziellen Systemgrößen identifiziert und eine Vorauswahl getroffen (Abbildung 6.6).



**Abb. 6.6:** Vorgehensweise bei der Einschränkung und Identifikation potenzieller Regelgrößen.

### **Ermittlung potenzieller Regelgrößen**

Ausgangspunkt für die Bestimmung der Regelgrößen ist die Aufstellung aller auf den Beschichtungsprozess wirkenden Einflussgrößen aus Kapitel 2.3.1 (Tabelle 2.1). Diese enthält jedoch zu viele Faktoren, um alle in statistischen Versuchsplänen zu variieren und den Einfluss auf die Zielgrößen zu ermitteln. Zudem sind die Einflussfaktoren teilweise konstruktiv festgelegt und nur mit hohem Aufwand beeinflussbar. Es ergeben sich daher Anforderungen an die Regelgrößen, damit diese für die Prozessregelung in der vorliegenden Arbeit verwendet werden können: Zum einen müssen die Einflussgrößen die Zielgrößen der Beschichtung signifikant beeinflussen, beispielsweise über einen linearen oder quadratischen Zusammenhang. Es ist daher erforderlich, dass es sich um unregelmäßige Messgrößen handelt, da konstante Faktoren nicht mit den sich über die Elektrodenlaufzeit verändernden Beschichtungszielgrößen korrelieren. Zum anderen müssen sich potentielle Regelgrößen unter Verwendung von anlagentechnischen Steuergößen beeinflussen lassen. Aufgrund des kontinuierlichen Verschleißes sollte dies in Echtzeit im laufenden Prozess möglich sein. Dies wird in einem zweiten Schritt überprüft.

Unter Berücksichtigung dieser Anforderungen, sind die meisten Einflussgrößen aus Kapitel 2.3.1 nicht für eine Prozessregelung geeignet, da diese entweder geregelt werden (Anlagenvariablen) oder nicht mit vertretbarem Aufwand in Echtzeit veränderbar sind (sonstige spritzsystem-, pulver- und substratbezogene Einflussgrößen). Für eine Prozessregelung finden daher insbesondere die nicht direkt beeinflussbaren elektrischen Anlagenmessgrößen Spannung und Nettoleistung Berücksichtigung. Außerdem wird die Kühlleistung betrachtet, welche mithilfe des Volumenstromes und der Ein- und Ausgangstemperatur des Kühlwassers berechnet wird. Hinzu kommen die Partikelmessgrößen Oberflächentemperatur, Intensität und Geschwindigkeit, die zwar keinen konventionellen Einflussfaktor darstellen, jedoch über die Anlagenparameter beeinflussbar sind und eine Quantifizierung der Partikel-

eigenschaften und damit eine Einschätzung über den Prozesszustand in Echtzeit ermöglichen. Aufgrund der Anforderungen kann auch der Elektrodenverschleiß nicht direkt als Einflussgröße betrachtet werden, da dieser nur zerstörend beurteilbar ist.

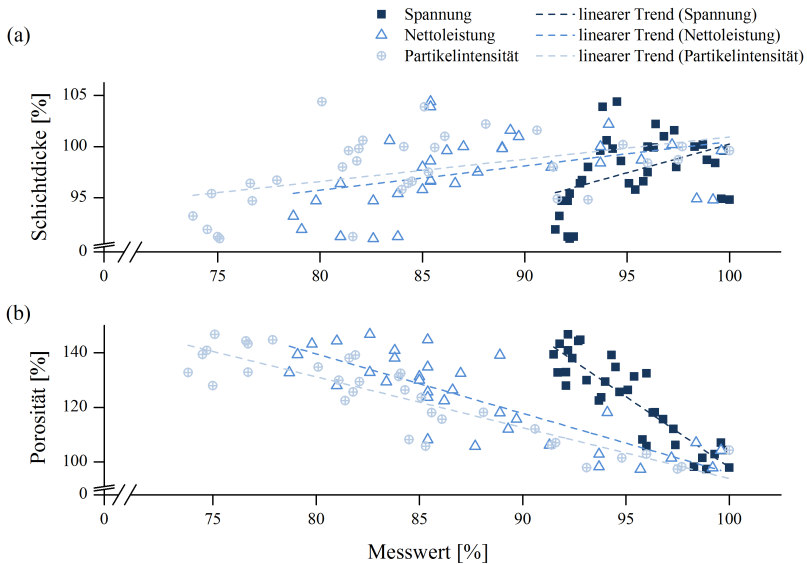
Damit ergeben sich folgende potenzielle Regelgrößen:

- *Anlagenkenngrößen*: Spannung, Nettoleistung, Kühlleistung
- *Partikelmessgrößen*: Temperatur, Intensität, Geschwindigkeit

Zur Ermittlung des Einflusses zwischen möglichen Regelgrößen und den Beschichtungszielgrößen werden die Messergebnisse aus dem unregulierten Langzeitbeschichtungsversuch (Kapitel 6.1) analysiert. Dabei wird unter Zuhilfenahme einer Regressionsanalyse überprüft, ob signifikante Zusammenhänge zwischen den möglichen Regelgrößen und den Zielgrößen statistisch unter Verwendung von p-Werten nachgewiesen werden können. Es wurde dabei die lineare Einfachregression verwendet, da aufgrund der Abhängigkeit verschiedener Zielgrößen von einer Überlagerung der Effekte und damit nicht aussagekräftigen Zusammenhängen auszugehen ist. Dies ist einerseits darauf zurückzuführen, dass aufgrund des Zeitreihenversuchs keine Niveaus zur Auswertung zur Verfügung standen. Zudem sind die meisten betrachteten Messgrößen indirekt von der Plasmaenergie abhängig, welche durch den Rückgang der elektrischen Leistung über die Zeit absinkt. Damit kommt es zu Überlagerungen der Verschleißauswirkungen über der Zeit und daher zu einer Verfälschung der ermittelten Kennwerte. Vor der finalen Definition der Regelgrößen wird daher in Kapitel 6.2.2 die aktive Beeinflussbarkeit der Beschichtungszielgrößen durch die Regelgrößen überprüft.

Die Zusammenhänge zwischen den möglichen Regelgrößen und den Beschichtungszielgrößen sind beispielhaft für die Spannung, Nettoleistung und Partikelintensität in Abhängigkeit von Schichtdicke und Porosität in Abbildung 6.7 dargestellt. Für alle drei Messgrößen ist bezüglich der Porosität eine wesentlich bessere Korrelation erkennbar, als für

die Schichtdicke. Dies wird auch anhand der quantitativen Ergebnisse aus der Regressionsanalyse in Tabelle 6.1 deutlich. Darin sind für Porosität und Schichtgewicht hoch-signifikante Zusammenhänge und Korrelationskoeffizienten für alle Messgrößen außer der Kühlleistung ermittelt worden. Auffällig sind die Unterschiede zwischen den Ergebnissen von Schichtdicke und Schichtgewicht, da bezüglich des Schichtgewichts wesentlich bessere Kennwerte ermittelt wurden. Dies ist wahrscheinlich auf die starke Veränderung der Porosität zurückzuführen, welche zu einer Verschiebung des Verhältnisses zwischen Schichtdicke und Schichtgewicht führt. Des Weiteren ist für die Nettoleistung im Vergleich zur Spannung eine schlechtere Korrelation festgestellt worden.



**Abb. 6.7:** Abhängigkeit von (a) Schichtdicke und (b) Porosität von den möglichen Regelgrößen Partikelintensität, Nettoleistung und Spannung im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung.

Auf Basis dieser Erkenntnisse ergeben sich folgenden Implikationen für die nächsten Versuche: Die Kühlleistung wird in der weiteren Be-



trachtung nicht mehr berücksichtigt, weil diese keine signifikanten Zusammenhänge mit den Beschichtungszielgrößen aufweist. Dies könnte physikalisch unter anderem mit den teilweise zyklischen Schwankungen der Kühlwassertemperatur erklärt werden (Abbildung 6.3), die durch das zweistufige Kühlsystem der Beschichtungsanlage auftreten können. In Bezug auf die elektrischen Kenngrößen können nicht Spannung und Nettoleistung weiter berücksichtigt werden, da die Leistung eine Funktion der Spannung darstellt und aufgrund der Abhängigkeiten somit Komplikationen bei der Prozessregelung zu erwarten sind. Daher wird aufgrund der höheren Signifikanz bezüglich der Beschichtungszielgrößen nur noch die Spannung im weiteren Verlauf der Versuche verwendet. Im Optimalfall wird bei der Regelung der Spannung (mithilfe des Wasserstoffvolumenstromes) und nur geringer Anpassung der Stromstärke gleichzeitig eine Regelung der Nettoleistung erfolgen. Zudem wird in Kapitel 6.5 eine Verifizierung der entwickelten Prozessregelung auch im Vergleich zur konventionellen Leistungsregelung erfolgen. Einen weiteren Diskussionspunkt stellen Partikelintensität und -temperatur dar, die auf sehr unterschiedlichen Messverfahren basieren (vgl. Kapitel 3.2.2). Aufgrund der Bedeutung der thermischen Energie der Partikel beim Plasmaspritzen werden beide Kennwerte weiterhin für eine mögliche Prozessregelung in Erwägung gezogen. Insbesondere

**Tab. 6.1:** Quantifizierung des Einflusses möglicher Regelgrößen auf die Beschichtungszielgrößen mithilfe von p-Werten und Korrelationskoeffizienten.

Systemgröße	Schichtdicke		Schichtgewicht		Porosität	
	p-Wert	r	p-Wert	r	p-Wert	r
Spannung	0,01	0,43	0,00	0,81	0,00	0,89
Kühlleistung	0,76	0,05	0,85	0,03	0,43	0,14
Nettoleistung	0,02	0,39	0,00	0,74	0,00	0,82
Partikeltemperatur	0,01	0,47	0,00	0,75	0,00	0,84
Partikelintensität	0,01	0,46	0,00	0,75	0,00	0,89
Partikelgeschwindigkeit	0,01	0,47	0,00	0,77	0,00	0,87

da nicht ausgeschlossen werden kann, dass die Messgrößen im Langzeitbeschichtungsversuch aufgrund der unterschiedlichen Messmethodik variierende Effekte ermitteln.

Für die Partikelkenngrößen Temperatur, Intensität und Geschwindigkeit sind bessere statistische Kennwerte ermittelt worden, als für die Anlagenkenngrößen. Dies kann physikalisch unter anderem damit erklärt werden, dass die Partikelkenngrößen eine direkte Beschreibung der Partikeleigenschaften ermöglichen und keine indirekten Anlagenparameter darstellen. Insgesamt werden auf Basis der Ergebnisse die Spannung und die Partikelmessgrößen Temperatur, Intensität und Geschwindigkeit im weiteren Verlauf der Versuche als mögliche Regelgrößen berücksichtigt.

### **Ermittlung potenzieller Steuergrößen**

Die identifizierten Regelgrößen können nur verwendet werden, wenn diese sich unter Verwendung von Steuergrößen aktiv beeinflussen - also regeln - lassen. Grundsätzlich kommen alle Einflussparameter infrage, die an der Anlage steuerbar sind. Wie bei der Regelgrößenermittlung werden dabei spezifische Anforderungen gestellt: So müssen die möglichen Steuergrößen die Regelgrößen signifikant beeinflussen. Außerdem sollten sich diese Messgrößen direkt beeinflussen lassen und in Echtzeit mit kurzer Reaktionszeit variierbar sein. Im Gegensatz zu den Anforderungen an mögliche Regelgrößen ist es jedoch vorteilhaft, wenn diese Größen mit einer vorgegebenen Präzision geregelt werden können und keine Variation über die Zeit aufweisen.

Auf Basis dieser Anforderungen kommen als Steuergrößen nur die Anlagenparameter infrage, da sie als Einzige in Echtzeit aktiv beeinflussbar sind und zudem von der Beschichtungsanlage dauerhaft auf einen vorgegebenen Sollwert geregelt werden. Es handelt sich dabei hauptsächlich um elektrische Stromstärke, Primär- und Sekundärgas, Trärgas und Pulvermassenstrom. Diese fünf Faktoren stellen zudem die anlagentechnischen Standardparameter dar, welche neben den hard-

waretechnisch festgelegten Vorgaben, wie beispielsweise Düsendurchmesser oder Injektionsart, im Parameterbereich der Anlage frei variierbar sind. Daher wurden diese Faktoren bereits von verschiedenen Autoren als Steuergrößen verwendet [28, 29, 32, 41, 43, 117]. In der vorliegenden Arbeit werden jedoch nicht alle fünf Anlagenparameter berücksichtigt. Der Pulvermassenstrom soll nicht variiert werden, da durch eine Veränderung der thermischen Energie pro injiziertem Gramm Pulver auch der Aufschmelzgrad und damit die Mikrostruktur der erzeugten Schicht beeinflusst würde [20]. Neben dem Pulvermassenstrom sollen zudem keine Veränderungen am Trägergas betrachtet werden, da dessen Variation zu veränderten Trajektorien der injizierten Pulverpartikel im Plasmastrahl führt. Damit werden Veränderungen des Spritzfleckes und aufgrund der variierenden Temperaturgradienten im Plasmastrahl unterschiedliche Aufschmelzniveaus der Partikel bewirkt. Durch diese Vorgehensweise wird zudem vermieden, dass die komplexen Interaktionen zwischen Trägergas und Pulvermassenstrom („Sweet-Spot“) die Messergebnisse verfälschen [20, 106].

Damit ergeben sich folgende potenzielle Steuer- und Regelgrößen, deren Interaktionen und Einfluss auf die Beschichtungszielgrößen im folgenden Kapitel untersucht werden:

- *Mögliche Regelgrößen:* Partikeltemperatur, -intensität, -geschwindigkeit, Spannung
- *Mögliche Steuergrößen:* Stromstärke, Primär- und Sekundärgas

### 6.2.2 Verifizierung der Zusammenhänge zwischen Systemgrößen und Beschichtungseigenschaften

Im Folgenden wird mithilfe von detaillierten Versuchsreihen überprüft, ob sich die potenziellen Regelgrößen durch die Steuergrößen signifikant beeinflussen lassen. In einem zweiten Schritt werden die Effekte der Regelgrößen auf die Beschichtungszielgrößen bestimmt. Damit

kann zudem kontrolliert werden, ob es sich bei den im vorherigen Kapitel ermittelten Zusammenhängen um Scheinkorrelation handelt, die einen nur scheinbar vorhandenen Effekt zwischen zwei trendbehafteten Messgrößen in Zeitreihenversuchen beschreibt.

### **Beeinflussung der Regelgrößen mithilfe der Steuergrößen**

Zur Ermittlung des quantitativen Einflusses der Steuer- auf die Regelgrößen wurden Versuchsreihen durchgeführt (vgl. Kapitel 5.3.1). Aufgrund der verschleißbedingten Prozessveränderungen sind jedoch die Schichtstrukture Auswirkungen bei Steuergrößenvariation zu Beginn der Elektrodenlaufzeit nicht überprüft worden. Denn unter Verwendung angepasster Steuergrößen, zum Beispiel 115 % Stromstärke mit einer neuen Elektrode, würde nicht das gleiche Beschichtungsergebnis erzeugt, wie beim gleichen Parametersatz und einer stark erodierten Elektrode zum Ende eines Langzeitbeschichtungsversuches. Daher wäre die Überprüfung nicht für verschiedene Verschleißzustände repräsentativ.

Der Versuchsplan mit der Variation der Steuergrößen Stromstärke (I), Primärgas (PG), Sekundärgas (SG) und den Auswirkungen auf die möglichen Regelgrößen Partikeltemperatur (T), -intensität (Int), -geschwindigkeit (v) und Spannung (U) ist in Tabelle 6.2 dargestellt.

Die Ergebnisse zeigen hochsignifikante Zusammenhänge zwischen fast allen Steuer- und Regelgrößen. Bezüglich der Partikelgeschwindigkeit wurden nur schwache oder keine signifikanten Zusammenhänge in Abhängigkeit von Primär- und Sekundärgas festgestellt (Tabelle 6.3).

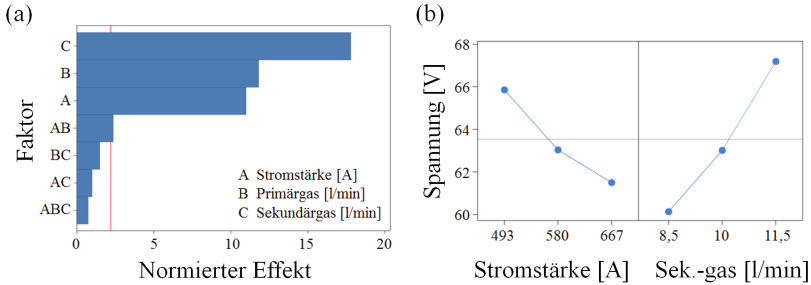
Die Wechselwirkungen weisen in den meisten Fällen wesentlich geringere Effekte auf als die Hauptfaktoren. Um zu starke Einflüsse auf die Prozessregelung auszuschließen, erfolgt in Kapitel 6.3.2 dennoch eine detaillierte Betrachtung dieser Effekte. In Abbildung 6.8 sind die Ergebnisse beispielhaft für die Spannung anhand von Pareto- und Haupteffektdiagrammen visualisiert worden. Darin sind die Zusammenhänge zwischen den Anstiegen der Geraden im Haupteffektdiagramm und den quantitativen Kennwerten im Paretodiagramm erkennbar. Der Anstieg

**Tab. 6.2:** Ergebnisse des statistischen Versuchsplans zur Verifizierung der Zusammenhänge zwischen Steuer- auf Regelgrößen.

#	Steuergrößen			Regelgrößen			
	I [A]	PG [ $\frac{l}{min}$ ]	SG [ $\frac{l}{min}$ ]	T [°C]	Int [IE]	v [ $\frac{m}{s}$ ]	U [V]
1	580,0	40,0	10,0	2686,0	108,3	236,4	63,9
2	493,0	46,0	8,5	2494,2	35,9	210,2	64,7
3	493,0	34,0	8,5	2672,1	113,0	210,0	60,7
4	493,0	46,0	11,5	2540,2	54,2	212,9	71,4
5	493,0	46,0	11,5	2548,8	52,9	212,9	71,2
6	667,0	46,0	11,5	2691,0	98,2	258,8	66,8
7	667,0	46,0	8,5	2623,8	79,5	253,6	61,7
8	580,0	40,0	10,0	2692,1	108,5	237,2	64,0
9	493,0	34,0	11,5	2760,9	144,1	217,2	67,6
10	667,0	34,0	11,5	2907,8	212,1	249,5	63,3
11	667,0	46,0	11,5	2698,9	102,7	263,1	67,6
12	493,0	34,0	11,5	2760,3	146,6	218,9	68,1
13	667,0	34,0	8,5	2852,1	185,3	250,2	54,7
14	493,0	34,0	8,5	2704,8	119,9	214,0	59,5
15	667,0	34,0	11,5	2917,7	215,2	251,3	61,6
16	667,0	34,0	8,5	2862,7	186,3	250,9	55,1
17	493,0	46,0	8,5	2496,4	41,1	211,6	63,6
18	580,0	40,0	10,0	2685,5	111,7	237,2	62,2
19	580,0	40,0	10,0	2699,3	114,2	238,6	62,0
20	667,0	46,0	8,5	2616,5	81,7	255,1	61,1

**Tab. 6.3:** Analyse der Signifikanz der Zusammenhänge (p-Werte) zwischen möglichen Steuer- und Regelgrößen mithilfe einer multiplen linearen Regressionsanalyse.

Systemgröße	T [°C]	Int [IE]	v [ $\frac{m}{s}$ ]	U [V]
Stromstärke [A]	0,00	0,00	0,00	0,00
Primärgas [ $\frac{l}{min}$ ]	0,00	0,00	0,27	0,00
Sekundärgas [ $\frac{l}{min}$ ]	0,00	0,00	0,06	0,00



**Abb. 6.8:** Beispielhafte Darstellung der Zusammenhänge zwischen potentiellen Steuer- und Regelgrößen anhand eines (a) Pareto- und (b) Haupteffekt diagramms für die Regelgröße Spannung.

der Spannung ist in Abhängigkeit des Sekundärgases beispielsweise deutlich höher als in Bezug auf die Stromstärke. Die zugrunde liegenden physikalischen Effekte sind in Kapitel 2.3.4 im Theorieteil diskutiert worden. Auf Basis der Ergebnisse der Zentralpunkte (Versuch 1, 8, 18, 19 in Tabelle 6.2) wurde eine Analyse der Variationen der Regelgrößen durchgeführt. Diese betragen zwischen 0,5 % für die Partikeltemperatur und 3,2 % für die Spannung. Trotzdem wurden auch für die Spannung hochsignifikante Zusammenhänge ermittelt, da die Variation im Verhältnis zur gesamten Spannbreite durch die Niveauveränderung der Steuergrößen nur gering ausfällt (vgl. Tabelle 6.8 in Kapitel 6.3.1). Eine detaillierte Analyse der Messgrößenvarianz aller Systemgrößen wird in Kapitel 6.3.1 durchgeführt.

### Beeinflussung der Beschichtungszielgrößen mithilfe der Regelgrößen

Nach der Bestätigung der Steuerbarkeit der Regelgrößen soll deren Einfluss auf die Beschichtungszielgrößen ermittelt werden. Damit wird die regressionsbasierte Auswertung aus Kapitel 6.2.1 um eine niveaubasierte Analyse ergänzt, welche es zudem ermöglicht, eine Scheinkorrelation auszuschließen. Dazu wird nochmals eine randomisierte Versuchsreihe durchgeführt, in der die ermittelten Zusammenhänge aus dem vorherigen Versuch verwendet werden, um die Regelgrößenniveaus zu errei-

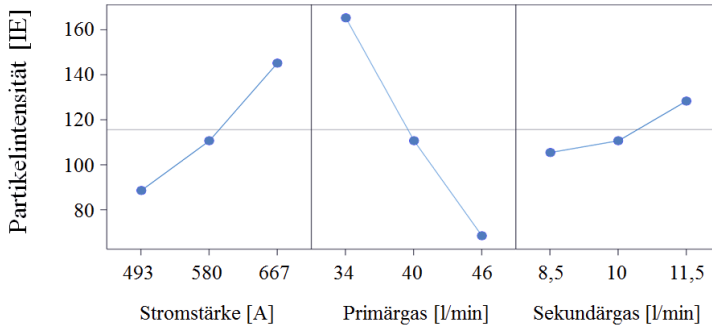
chen. Die Niveaufestlegung erfolgte auf Basis des Rückgangs der Regelgrößen im ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuch (Kapitel 6.1). Diese betragen  $\Delta \text{Int} = 38 \text{ IE}$  für die Partikelintensität,  $\Delta v = 26 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  für die Partikelgeschwindigkeit und  $\Delta U = 6 \text{ V}$  für die Spannung. Die Niveauunterschiede wurden mit der Spannweite dieser Messgrößen angesetzt um sicherzustellen, dass der komplette elektrodenschleißbedingte Effekt kompensiert werden kann. Als vorgegebene Genauigkeit der Regelung wurde die Spannweite der Schwankungen in einem ungeregelten Versuch über 1800 s gewählt. Eine detaillierte Analyse dieser Schwankungen erfolgt in Kapitel 6.3.1. In Tabelle 6.4 sind die beschriebenen Daten zur Erstellung des Versuchsplanes zusammengefasst. Die Ausprägung der Regelgrößen variiert im Allgemeinen in Abhängigkeit der individuellen Elektroden Eigenschaften. Daher wurde die festgelegte absolute Niveaudifferenz ( $\text{Int} = 19 \text{ IE}$ ,  $v = 13 \frac{\text{m}}{\text{s}}$ ,  $U = 3 \text{ V}$ ) auf die sich bei Standardparametern einstellenden Regelungsstartwerte bezogen, welche für die verwendeten Elektroden  $\text{Int} = 107 \text{ IE}$ ,  $v = 238 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  und  $U = 64 \text{ V}$  betrugen.

**Tab. 6.4:** Niveaustufen der statistischen Versuchsplanung zur Ermittlung des Einflusses potenzieller Regelgrößen auf die Beschichtungszielgrößen.

Systemgröße	Niveau (+)	Start- messwert	Niveau (-)	Toleranz
Partikelintensität [IE]	126	107	88	$\pm 9,1$
Partikelgeschwindigkeit [ $\frac{\text{m}}{\text{s}}$ ]	251	238	225	$\pm 4,2$
Spannung [V]	67	64	61	$\pm 0,9$

Bei der Ermittlung der Zusammenhänge zwischen Steuer- und Regelgrößen wurden gleichartige Einflüsse bezüglich Partikeltemperatur und Partikelintensität festgestellt (Abbildung 6.9, Abbildung 6.15a). Da die unabhängige Veränderung beider Messgrößen nur in begrenztem Ausmaß möglich ist, kann bei diesem Versuch nur eine von beiden Regelgrößen variiert werden. Aufgrund der besseren Korrelation der Partikelintensität im Vergleich zur Partikeltemperatur in Kapitel 6.2.1

(Tabelle 6.1) wird der Versuch daher mit den Regelgrößen Partikelintensität, -geschwindigkeit und Spannung durchgeführt. Bei der Analyse und Interpretation der Daten wird die Partikeltemperatur jedoch ausführlich berücksichtigt.



**Abb. 6.9:** Haupteffekt diagramme der Effekte der Steuergrößen auf die Regelgröße Partikelintensität.

Der Versuchsplan und die daraus resultierenden Ergebnisse der Beschichtungszielgrößen, sowie der notwendigen Veränderungen der Steuergrößen sind in Anhang I–1 dargestellt. Zur Abgrenzung der absoluten Schichtporosität von den relativen, normierten Kennwerten in Kapitel 6.1 wird die Einheit Flächenprozent [*fl.-%*] verwendet. Bei der Regelung konnten alle vorgegebenen Niveaus durch die Variation der Steuergrößen mit der vorgegebenen Genauigkeit erreicht werden. Dabei wurden die angestrebten  $\pm 15\%$  Steuergrößenbereich bezüglich Stromstärke und Primärgas eingehalten. Bei einigen Teilversuchen war jedoch eine höhere Variation des Sekundärgases erforderlich, um die vorgegebenen Regelwerte zu erreichen. Dies ist jedoch zu vernachlässigen, da bei diesem Versuch das Erreichen der vorgegebenen Zielwerte und nicht der minimierte Elektrodenverschleiß im Vordergrund stand. Die Ergebnisse der multiplen linearen Regression sind in Tabelle 6.5 dargestellt.



**Tab. 6.5:** Analyse der Signifikanz der Zusammenhänge (p-Werte) zwischen möglichen Regel- und Beschichtungszielgrößen mithilfe einer multiplen linearen Regressionsanalyse.

Systemgröße	Schicht- dicke	Schicht- gewicht	Poro- sität
Partikelintensität	0,00	0,00	0,00
Partikelgeschwindigkeit	0,00	0,15	0,07
Spannung	0,56	0,04	0,88

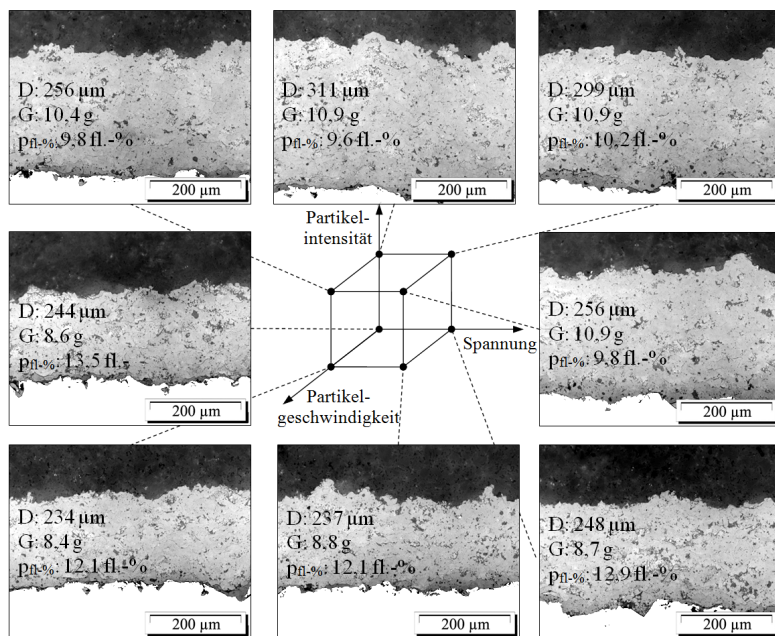
Für die Partikelintensität sind insgesamt die stärksten Effekte festgestellt worden, da sie bezüglich aller drei Beschichtungszielgrößen hochsignifikante Zusammenhänge aufweist. Die Partikelgeschwindigkeit und Spannung weisen hingegen jeweils nur bezüglich einer Zielgröße einen hoch signifikanten Zusammenhang auf. Im Vergleich zu den Ergebnissen der Analyse auf Basis des ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuches (Tabelle 6.1 in Kapitel 6.2.1) ergeben sich teilweise starke Unterschiede. Dies ist unter anderem darauf zurückzuführen, dass Scheineffekte aufgrund der kürzeren Versuchsdauer und der Verwendung von Regelgrößenniveaus vermieden werden konnten. Zudem ermöglicht diese Vorgehensweise eine differenziertere Aussage über die Effekte der einzelnen Regelgrößen, da aufgrund des multiplen linearen Regressionsansatzes auch Wechselwirkungen betrachtet werden. Diese sind unter anderem der Grund dafür, dass nicht für jede Regelgröße signifikante Einflüsse auf jede der Zielgrößen nachgewiesen werden konnten. Ein weiterer möglicher Erklärungsansatz ist die komplexere Methodik bei der Ermittlung der Schichteigenschaften (vgl. Kapitel 5.4) und die höhere Anzahl an Einflussfaktoren bei der Beschichtung. Dies ist auch anhand der Analyse der Zentralpunkte nachweisbar (Versuch 1, 8, 10, 19 in Anhang I–1): Obwohl die Steuergrößen um maximal 4,8 % und die Regelgrößen nur um 1,5 % variieren, sind bei den Beschichtungszielgrößen Abweichungen von 3,0 % beim Schichtgewicht, 9,0 % bei der Schichtdicke und bis zu 21,7 % bei der Porosität ermittelt worden. Die

hohen relativen Schwankungen bei der Porosität sind jedoch auf die absolute Porosität von ungefähr  $p = 10\text{--}12\text{ fl.}\%$  zurückzuführen, da die Messungenauigkeit des Verfahrens absolut gesehen im Bereich von  $p = 1\text{--}2\text{ fl.}\%$  liegt. Aufgrund der höheren Anzahl an Einzelversuchen haben diese Effekte im Langzeitversuch weniger starke Auswirkungen. In Versuchsreihen mit relativ wenigen Versuchen erschwert dies jedoch die Ermittlung signifikanter Ergebnisse.

Obwohl die Partikeltemperatur bei diesem Versuch nicht aktiv geregelt wurde (vgl. Tabelle 6.4), ist sie indirekt durch die Regelung der Partikelintensität in einem ähnlichen relativen Bereich variiert worden. Dies ist auch im Haupteffektdiagramm zu erkennen (Anhang I-2). Für die Partikeltemperatur konnten im Gegensatz zur Partikelintensität keine Niveaus festgelegt werden. Daher sind im Haupteffektdiagramm die Einzelmesswerte mit einem Ausreißer bei  $T = 2717,5\text{ }^{\circ}\text{C}$  dargestellt. In der Gesamtbetrachtung sind für beide Messgrößen im jeweiligen Variationsbereich gleichartige Effekte auf die Porosität erkennbar. Dabei fällt auf, dass sehr unterschiedliche relative Veränderungen aufgetreten sind. Diese betragen für die Partikelintensität ungefähr 36 % ( $\text{Int} = 88 \rightarrow 126\text{ IE}$ ), während die Partikeltemperatur nur im Bereich von 6 % ( $T = 2628 \rightarrow 2787\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) variiert wurde. Der größere relative Bereich wird jedoch durch die höheren Messschwankungen und damit Regelungsnauigkeiten von  $\Delta T = 44\text{ }^{\circ}\text{C}$  (1,6 %) bei der Partikeltemperatur und  $\Delta \text{Int} = 9,1\text{ IE}$  (8,4 %) bei der Partikelintensität reduziert. Trotzdem stellt die Partikelintensität insgesamt die „sensitivere“ Messgröße dar. Im direkten Vergleich wurden für beide Regelgrößen signifikante Zusammenhänge im Bezug auf die Beschichtungszielgrößen ermittelt: Die  $p$ -Werte bezüglich der Partikelintensität und -temperatur betragen für Schichtgewicht und Porosität 0,00 und für die Schichtdicke 0,00 und 0,02. Mit dieser Auswertung wurde die Anfangsthese bestätigt, dass beide Regelgrößen gleichartige Zusammenhänge bezüglich der Steuer- und Beschichtungszielgrößen aufweisen und daher nicht

unabhängig voneinander in einem Regelungsversuch verwendet werden können.

Zur Illustration der Zusammenhänge sind die Ergebnisse des Grundlagenversuches mithilfe eines Cubeplot in Abbildung 6.10 dargestellt.



**Abb. 6.10:** Cubeplot-Darstellung der Zusammenhänge zwischen den drei Regelgrößen und den Beschichtungszielgrößen Schichtdicke (D), Schichtgewicht (G) und Porosität (p).

Dieser zeigt unter anderem die Auswirkungen bei Variation der drei Regelgrößen auf die Mikrostruktur der Schicht. Eine hohe Partikelintensität führt beispielsweise zu einer starken Erhöhung der Spritzeffizienz (Schichtdicke und -gewicht), während gleichzeitig eine geringere Porosität erzeugt wird. Eine Steigerung der Porosität kann unter anderem durch Senkung der Partikelgeschwindigkeit realisiert werden. Die drei betrachteten Regelgrößen sind über den Regelalgorithmus individuell

beeinflussbar, sofern alle Steuergrößen gleichzeitig angepasst werden (vgl. Abbildung 6.19). Obwohl Wechselwirkungen zwischen den Regelgrößen auftreten (vgl. Kapitel 6.3.2) sind für die Haupteffekte signifikante Zusammenhänge ermittelt worden, wodurch eine Prozessregelung auf Basis dieser Regelgrößen ermöglicht wird (vgl. Tabelle 6.5).

Insgesamt wurden in diesem Kapitel für alle überprüften Steuergrößen signifikante Zusammenhänge zu den Regelgrößen festgestellt. Außerdem konnte auch für jede Regelgröße ein signifikanter Einfluss auf mindestens eine Beschichtungszielgröße ermittelt werden.

### 6.2.3 Definition der zu überprüfenden Prozessregelungsansätze

Aufgrund des Einflusses auf die Beschichtungszielgrößen sollen wenn möglich alle Regelgrößen bei der Prozessregelung berücksichtigt werden, um den verschleißabhängigen Prozesszustand möglichst umfassend zu beschreiben. Diese Maßgabe ist einerseits begrenzt durch die zunehmende Komplexität der Prozessregelung bei Erhöhung der Regelgrößen. Zum anderen können maximal drei Regelgrößen gleichzeitig verwendet werden, da nur drei Steuergrößen identifiziert wurden. Bei der Verwendung von mehr als drei Regelgrößen wäre daher keine eindeutige Zuordnung der Steuergrößenvorgaben und daraus resultierenden Prozesszuständen möglich. Auf Basis dieser Anforderungen werden folgende Regelungsansätze gewählt:

#### 1. $T, v, U$ -Regelung

- Regelgrößen: Partikel*temperatur*, -geschwindigkeit, Spannung
- Steuergrößen: Stromstärke, Primär- und Sekundärgas

#### 2. $Int, v, U$ -Regelung

- Regelgrößen: Partikel*intensität*, -geschwindigkeit, Spannung
- Steuergrößen: Stromstärke, Primär- und Sekundärgas

Der Grund für die Verwendung der beiden Regelungsansätze liegt in dem bereits diskutierten Unterschied in der Messmethodik zwischen Partikeltemperatur und Partikelintensität. Für beide Messgrößen wurden gleichartige statistische Zusammenhänge zu den Steuer- und Beschichtungszielgrößen festgestellt. Sie können daher nicht gleichzeitig für die Regelung verwendet werden, da eine unabhängige Variation dieser Regelgrößen nicht möglich ist. Zudem kann nicht ausgeschlossen werden, dass die beiden Größen unterschiedlich auf die zeitlichen Veränderungen im Spritzstrahl reagieren. Daher werden beide Messgrößen in unterschiedlichen Regelungsansätzen untersucht und jeweils zusammen mit der Partikelgeschwindigkeit und Spannung geregelt. Ein statistischer F-Test der kombinierten Einflüsse der drei Regelgrößen auf die Beschichtungszielgrößen Schichtdicke, Schichtgewicht und Porosität ergibt für beide Ansätze hochsignifikante Zusammenhänge ( $p$ -Werte = 0,00;  $|r| > 0,87$ ).

In der Analyse in Kapitel 6.2.1 wurden für die Nettoleistung am Brenner im Vergleich zur Spannung schwächer signifikante Ergebnisse auf die Beschichtungszielgrößen ermittelt. Dies bestätigt die Aussagen im Theorieteil, in dem argumentiert wurde, dass eine Leistungsregelung in vielen Fällen nicht zu einer signifikanten Verbesserung der Beschichtungsergebnisse führt [2, 58]. Daher wird die Leistungsregelung in den Regelungsversuchen zunächst nicht berücksichtigt. Bei der Verifizierung der Prozessregelung im Langzeitbeschichtungsversuch in Kapitel 6.5 wird jedoch zusätzlich eine konventionelle Leistungsregelung durchgeführt und die Auswirkungen auf die Beschichtungszielgrößen ermittelt.

## 6.3 Implementierung der Prozessregelung

Auf Basis der ermittelten Steuer- und Regelgrößen wird im Folgenden überprüft, ob eine Prozessregelung mithilfe dieser Systemgrößen umgesetzt werden kann. Dafür erfolgt zunächst die Untersuchung der Messgrößenvarianz und -sensitivität sowie der Wechselwirkungen und

Nichtlinearitäten in den Zusammenhängen zwischen den Steuer- und Regelgrößen. Danach wird in Kapitel 6.3.3 das angepasste Regelungsverfahren erläutert und im Anschluss das Regelungsmodell mit einer detaillierten Beschreibung der verwendeten Gleichungssysteme dargestellt.

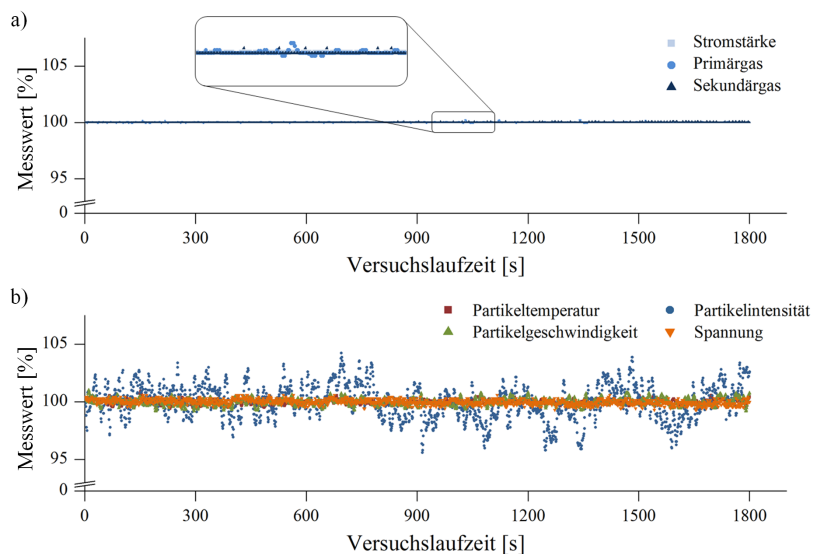
### 6.3.1 Messgrößenvarianz und Sensitivität der Systemgrößen

Für die Verwendung einer Messgröße in einer Prozessregelung ist neben signifikanten Einflüssen auch eine Mindeststabilität erforderlich. Dazu wird in diesem Kapitel eine Analyse der Schwankungen der Steuer- und Regelgrößen durchgeführt, indem die Schwankungen im ungeregelten, stationären Prozesszustand mit der durch Steuergrößenvariation hervorgerufenen Schwankungsbreite verglichen werden. Zudem wird in diesem Kapitel mithilfe statistischer Tests gezeigt, dass der verwendete 30s-Durchschnittswert eine hinreichend genaue Beschreibung des Prozesszustandes ermöglicht.

#### Volatilität und Messgenauigkeit der Systemgrößen

Zur Analyse der Schwankungen bei den Anlagen- und Partikelmessgrößen wurden für den stationären, unbeeinflussten Prozess alle verwendeten Größen über einen Zeitraum von  $t = 1800$  s aufgenommen. Die normierten Messwerte für die Steuer- und Regelgrößen sind in Abbildung 6.11 grafisch dargestellt.

In Tabelle 6.6 sind dazu die statistischen Kennwerte Mittelwert  $\mu_{1800}$ , Spannweite  $R_{1800}$  und Standardabweichung  $s_{1800}$  sowie die normierte Spannweite, Standardabweichung und der Standardfehler ( $n=30$ ) angegeben (vgl. Tabelle 6.7). Die Spannweite beträgt bei den Steuergrößen bis zu 0,3 %. Bei den Regelgrößen sind hingegen Abweichungen von bis zu 8,6 % bei der Partikelintensität ermittelt worden. Dies entspricht den Beobachtungen aus den Grundlagenversuchen in Kapitel 6.2.2, in denen



**Abb. 6.11:** Normierte Schwankungen der (a) Anlagen- und (b) Partikelmessgrößen über eine Versuchslaufzeit von 1800 s.

die Partikelintensität als Messgröße mit der größten relativen Sensitivität gegenüber Steuergrößenvariationen identifiziert wurde. Erklärungsansätze für die unterschiedlichen Regelgrößenvariationen sind unter anderem anhand der unterschiedlichen Messmethodiken in Kapitel 3.2.2 diskutiert worden, während die geringeren Steuergrößenvariationen auf die anlagentechnische Regelung dieser Messgrößen zurückgehen.

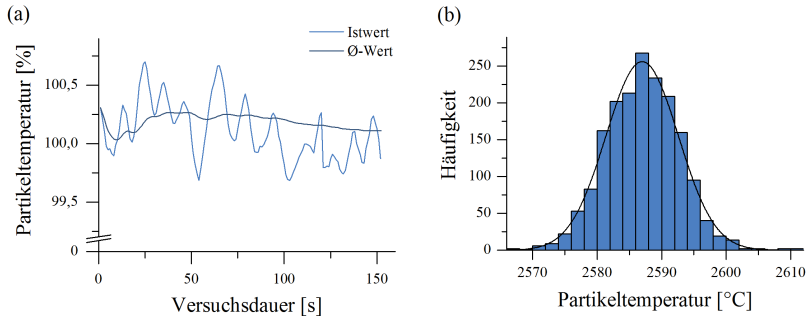
Die periodischen Schwankungen der Regelgrößen sind beispielhaft für die Partikeltemperatur in Abbildung 6.12a dargestellt. Da bei der Ermittlung des Regelgrößenmesswertes zu einem bestimmten Zeitpunkt jeder Wert aus der Spannweite realisiert werden kann, ist die Verwendung eines einzelnen Messwertes über eine Sekunde nicht zu empfehlen. Daher soll in der vorliegenden Arbeit der Durchschnitt über eine definierte Dauer als Messwert verwendet werden. Neben dem Partikeltemperaturverlauf ist in der Abbildung daher der Durchschnitt aller bis zu

**Tab. 6.6:** Normierte Schwankungen der (a) Anlagen- und (b) Partikelmessgrößen über eine Versuchslaufzeit von 1800 s.

Kenngröße	Steuergrößen			Regelgrößen			
	I [A]	PG [ $\frac{l}{min}$ ]	SG [ $\frac{l}{min}$ ]	T [°C]	Int [IE]	v [ $\frac{m}{s}$ ]	U [V]
Mittelwert $\mu_{1800}$	580,4	39,9	10,0	2587,0	105,3	227,6	70,0
Spannweite $R_{1800}$	0,2	0,1	0,0	44,1	9,1	4,2	0,9
Std.-abw. $s_{1800}$	0,1	0,0	0,0	5,6	1,6	0,7	0,2
rel. Spannweite	0,0 %	0,3 %	0,1 %	1,7 %	8,6 %	1,9 %	1,3 %
rel. Std.-abw.	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,2 %	1,5 %	0,3 %	0,2 %
rel. Std.-fehler	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,0 %	0,3 %	0,1 %	0,0 %

diesem Zeitpunkt aufgenommenen Messwerte dargestellt. Es zeigt sich bereits ab ungefähr  $t_{\varnothing} = 30$  s ein stark stabilisierter Durchschnittswert.

Da nicht ausgeschlossen werden kann, dass sich der ermittelte Durchschnittswert im oberen oder unteren Grenzbereich der Spannweite bewegt, ist eine Festlegung der Toleranzgrenzen für die Regelung unterhalb der Spannweite nicht zu empfehlen. Daher wird zunächst die Spannweite  $R_{1800}$  als Toleranzband für die Regelung verwendet.



**Abb. 6.12:** (a) Partikeltemperatur und deren Durchschnitt bis zu diesem Zeitpunkt und (b) Häufigkeitsverteilung der Messwerte des 1800s-Versuches im Vergleich zur Normalverteilung.

Um die Schwankungen der Messwerte während der Regelung so gering wie möglich zu halten, werden in der vorliegenden Arbeit die arith-



metischen Mittelwerte von mehreren Stichproben berechnet und in den Diagrammen als Messpunkte dargestellt. Bei Anlagen- und Partikel-messgrößen wird die 30s-Durchschnittsmessung verwendet, wodurch die Standardfehler der Messgrößen aufgrund der Stichprobenanzahl ( $n=30$ ) stark reduziert werden (vgl. Tabelle 6.6). Dazu wird die empirische Standardabweichung  $s$  des Merkmals ermittelt und durch die Wurzel des Stichprobenumfangs  $n$  geteilt [124]. Auch in Kombination mit der Messungenauigkeit gemäß Herstellerangaben (vgl. Tabelle 6.9) ergeben sich damit Schwankungen von unter einem Prozent. Daher sind diese in den Grafiken in Kapitel 6.1 nicht als Fehlerbalken dargestellt.

Die Standardfehler zu den Beschichtungszielgrößen Schichtdicke, -gewicht und Porosität sind in Tabelle 6.7 berechnet worden (vgl. Anhang I-3 a,b,c). Durch den Umfang der Stichproben reduziert sich auch für diese Messgrößen der Betrag der möglichen Abweichungen im Vergleich zur relativen Standardabweichung.

Die Fehlerbalken werden zur besseren Übersichtlichkeit nur beispielhaft in Kapitel 6.1 dargestellt, sind jedoch auf alle Versuche in der vorliegenden Arbeit übertragbar. Aufgrund des geringen Betrages des Standardfehlers können diese nur für die Porosität dargestellt werden.

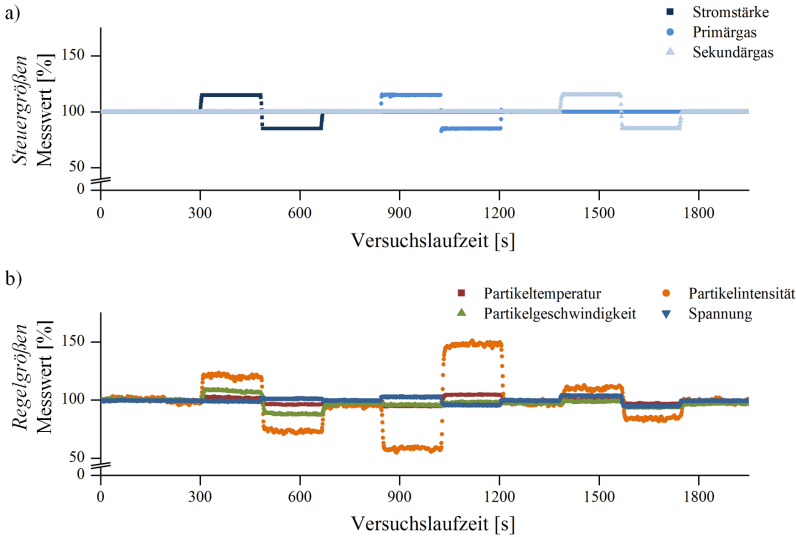
**Tab. 6.7:** Berechnung der Standardfehler zu den Messwerten der Beschichtungszielgrößen (vgl. Anhang I-3 a,b,c).

	Schicht- dicke	Schicht- gewicht	Porosität
rel. Standard- abweichung $s$ [%]	3,1	0,2	6,4
Stichprobenanzahl $n$ pro Messwert	9	1	4
Standardfehler [%]	1,0	0,2	3,2

### Sensitivität der Regelgrößen bei Variation der Steuergrößen

Die stationären Messgrößenschwankungen werden im Folgenden mit der durch Steuergrößenvariation hervorgerufenen Regelgrößenspannweite

verglichen. Dazu werden die Steuergrößen in dem betrachteten Bereich von  $\pm 15\%$  variiert und der Einfluss auf die Regelgrößen ermittelt. Die quantitativen Auswirkungen der singulären Steuergrößenvariation auf die Regelgrößen sind in Abbildung 6.13 dargestellt.



**Abb. 6.13:** (a) Variation der Steuergrößen im Bereich von  $\pm 15\%$  und  
(b) Auswirkungen auf die Regelgrößen.

Für die Partikelintensität und -geschwindigkeit sind wesentlich stärkere relative Effekte erkennbar, als für Partikeltemperatur und Spannung. Dies zeigt sich auch anhand der Auswertung in Tabelle 6.8. Die Effekte durch die 15%-Steuergrößenvariation liegen zwischen 0,5 % Spannungsveränderung durch Stromstärkenerhöhung und 55,1 % Partikelintensitätssteigerung aufgrund einer Primärgassenkung. Interessant ist auch der quantitative Unterschied der Effektstärke bei Senkung und Erhöhung der Steuergrößen. Dies ist physikalisch wahrscheinlich auf die unterschiedlichen absoluten Niveaus der betreffenden Anlagenparameter zurückzuführen und weist auf eventuell vorhandene Nichtlinearitäten hin. Eine weitere Besonderheit liegt in den veränderten Messwerten

bei der wiederholten Einstellung des Basis-Parametersatzes zu verschiedenen Zeitpunkten: Diese betragen zwischen 0,1 % bei der Spannung und 4,8 % bei der Partikelintensität (vgl. [114]).

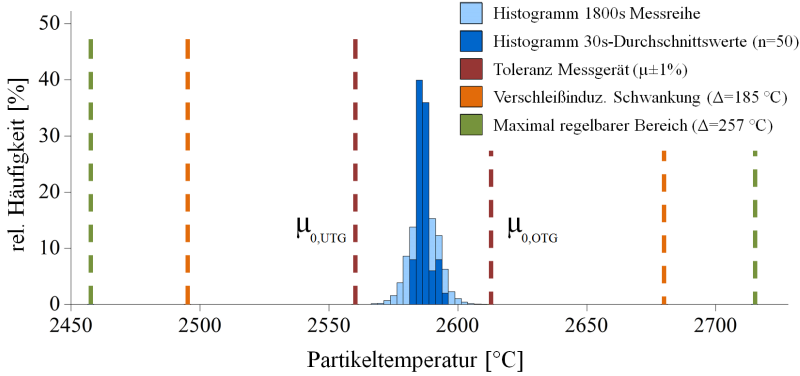
**Tab. 6.8:** Normierte Effekte einer singulären Steuergrößenvariation von  $\pm 15\%$  auf die Regelgrößen Partikeltemperatur (T), -intensität (Int), -geschwindigkeit (v) und Spannung (U).

	Basis	Stromst.		Basis	Pr.-gas		Basis	Sek.-gas		Basis
$\Delta$ [%]	100	115	85	100	115	85	100	115	85	100
Zeit [s]	300	180	180	180	180	180	180	180	180	300
T [%]	100	+2	-3	-1	-4	+6	-1	+1	-2	-1
Int [%]	100	+20	-27	-5	-39	+55	-3	+13	-14	-1
v [%]	100	+8	-12	-3	-1	1	-3	2	-3	-3
U [%]	100	-1	+2	+0	+3	-4	+0	+4	-5	-0

### Überprüfung der Aussagekraft des 30s-Durchschnittswertes und der Regelbarkeit des Prozesses

Zur Evaluierung der Aussagefähigkeit der 30s-Durchschnittswerte sind in Abbildung 6.14 die Histogramme der Messwerte über 1800s und einer Stichprobe der 30s-Durchschnittswerte ( $n = 50$ ) beispielhaft für die Partikeltemperatur dargestellt. Zum Vergleich wurden zusätzlich die Messgenauigkeit (Toleranzgrenzen gemäß Herstellerangaben [74, 89]), die elektrodenverschleißbedingten Prozessschwankungen (vgl. Kapitel 6.1) und der maximal regelbare Bereich durch  $\pm 15\%$  Steuergrößenvariation eingefügt. Die Abbildung zeigt, dass die Messschwankungen durch Verwendung des 30s-Durchschnittswertes kleiner sind, als der Toleranzbereich des Messgerätes gemäß der Herstellerangaben [74, 89].

Zur Unterstützung dieser Aussage wird im Folgenden für alle verwendeten Messgrößen mithilfe eines  $t$ -Tests gezeigt [62, 63], dass die Schwankungen bei der Verwendung des 30s-Durchschnittswertes mit einer Wahrscheinlichkeit von 99 % kleiner sind, als die vom Messgerätehersteller angegebenen Schwankungen der Messgeräte. Dazu wird für die obere und untere messgerätespezifische Toleranzgrenze ( $\mu_{0,UTG}/$



**Abb. 6.14:** Vergleich der Streuung der 30s-Durchschnittswerte ( $n=50$ ) mit der messgerätespezifischen Toleranz (Herstellerangabe), den elektrodenverschleißbedingten Prozessschwankungen und dem maximal regelbaren Bereich durch Variation der Steuergrößen.

$\mu_{0,OTG}$ , vgl. Abbildung 6.14) ein  $t$ -Test durchgeführt. Dabei wird für den Test der unteren Toleranzgrenze  $H_0: \mu \leq \mu_{0,UTG}$  und  $H_1: \mu > \mu_{0,UTG}$  angenommen, während für die obere Toleranzgrenze  $H_0: \mu \geq \mu_{0,OTG}$  und  $H_1: \mu < \mu_{0,OTG}$  getestet wird. Somit wird geprüft, ob sich  $\mu$  innerhalb der Toleranzgrenzen befindet. Für einen beidseitigen Test ergibt sich bei einem Signifikanzniveau von  $\alpha = 0,01$  ein  $t_{krit}$  von 2,58 [62]. Die  $t$ -Werte werden für alle Systemgrößen anhand der über eine  $n=50$  Stichprobe ermittelten Größen Mittelwert  $\bar{X}$  und Standardabweichung  $s$  berechnet und sind in Tabelle 6.9 dargestellt.

Die Ergebnisse zeigen, dass sowohl für die Steuergrößen, als auch für die Regelgrößen die  $H_1$  Hypothese für beide Toleranzgrenzen angenommen werden kann, da  $t_{UTG}$  bzw.  $t_{OTG}$  größer sind als  $t_{krit}$ . Insbesondere bei den Steuergrößen wurden dabei sehr hohe  $t$ -Werte ermittelt, da die Schwankungen aufgrund der internen anlagenbedingten Regelung dieser Messgrößen sehr niedrig ausfallen. Damit wurde anhand des  $t$ -Tests gezeigt, dass die 30s-Durchschnittsmessung einen aussagekräftigen Kennwert für den aktuellen Prozesszustand darstellt und damit

**Tab. 6.9:** Ergebnisse der  $t$ -Tests an der unteren Toleranzgrenze (UTG) und oberen Toleranzgrenze (OTG) zur Evaluation der Aussagekraft des 30s-Durchschnittswertes.

Kenngröße	Steuergrößen			Regelgrößen			
	I [A]	PG [ $\frac{l}{min}$ ]	SG [ $\frac{l}{min}$ ]	T [°C]	Int [IE]	v [ $\frac{m}{s}$ ]	U [V]
Erwartungswert $\mu_{1800}$	580,4	39,9	10,0	2587,0	105,3	227,6	70,0
Messgenauigkeit	1 %	1 %	1 %	1 %	0,5 %	0,5 %	1 %
Mittelwert Stichprobe $\bar{X}$ (n=50)	580,4	39,9	10,0	2586,7	105,3	227,5	70,0
emp. Standardabweichung $s$	0,0	0,0	0,0	2,7	1,2	0,4	0,1
Unterer Testwert $\mu_{0,UTG}$	574,6	39,5	9,9	2561,1	104,8	226,4	69,3
$t_{UTG}$	906,1	976,1	1001,9	68,2	3,5	22,1	57,6
Oberer Testwert $\mu_{0,OTG}$	586,2	40,3	10,1	2612,9	105,9	228,7	70,7
$t_{OTG}$	906,7	976,7	1001,6	66,6	2,8	20,7	58,3
Ergebnis $t$ -Test	$t_{UTG/OTG} > t_{krit}$ : H1 für alle Größen angenommen						

für die Regelung verwendet werden kann. Insgesamt sind die relativen Prozess- und Messschwankungen wesentlich kleiner, als der für die Regelung verwendete Bereich. Aus diesem Grund stellen sie kein Problem für die ermittelten Regelsystemgrößen dar.

### 6.3.2 Nichtlinearitäten und Wechselwirkungen

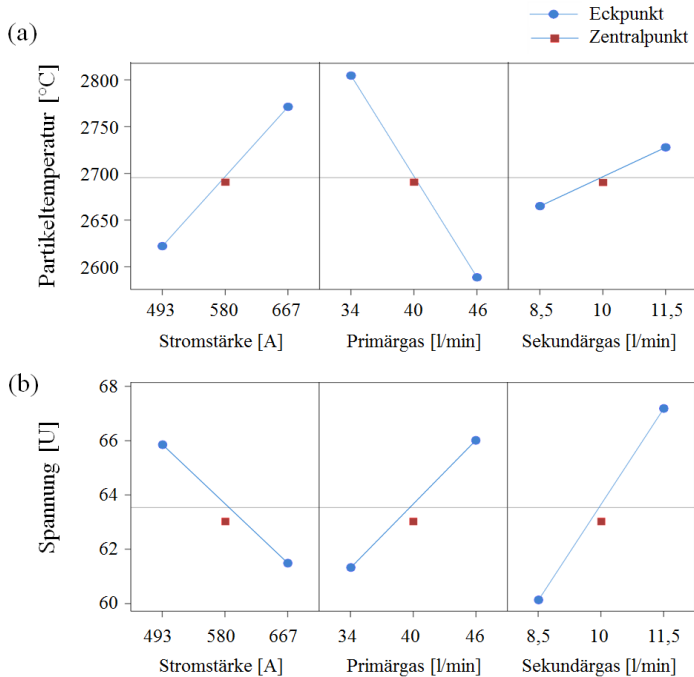
Für die Steuerung der Regelgrößen sind neben einer geringen Messvarianz insbesondere die Linearität und Wechselwirkungen zwischen den Steuer- und Regelgrößen zu beachten. Eine präzise, zielgenaue Regelung ist nur möglich, wenn die Art der Zusammenhänge zwischen diesen Größen bekannt ist.

#### Linearität der Input-Output-Beziehungen des Regelungssystems

Beim atmosphärischen Plasmaspritzen treten verschiedenartige Zusammenhänge auf, die nur selten streng lineare Beziehungen darstellen [114]. Trotzdem können diese Zusammenhänge in vielen Fällen durch lineare Verknüpfungen approximiert werden, um eine einfachere Beschreibung des Systemverhaltens zu realisieren. Dies ist jedoch nur möglich, wenn der Parameterbereich genügend klein gewählt wird [90]. Die in der vorliegenden Arbeit ermittelten linearen Regressionszusammenhänge sind daher grundsätzlich nur für den verwendeten Steuergrößenbereich von  $\pm 15\%$  gültig. Der Bereich ist jedoch durch Extrapolation erweiterbar, wenn eine reduzierte Genauigkeit akzeptiert werden kann.

Eine detaillierte Analyse der Linearität zwischen Steuer- und Regelgrößen ist aufgrund der ressourcenintensiven Versuche und Vielzahl an möglichen Beziehungen sehr aufwendig. Da die Regelbarkeit des Prozesses in späteren Langzeitbeschichtungsversuchen ohnehin ausführlich getestet wird, ist zur Linearitätsanalyse ein deterministischer Ansatz anhand der in Kapitel 6.2.2 ermittelten Beziehungen zur Anwendung gekommen. Dabei wurde anhand der Haupteffektdiagramme eine Analyse der Abweichungen des Zentralpunktes von den linearen Zusammenhängen zwischen den Eckpunkten vorgenommen (Abbildung 6.15, Anhang I-4).

Diese betragen für die Partikeltemperatur  $\Delta T = 6,8^\circ\text{C}$  (0,3 %), für die Partikelgeschwindigkeit  $\Delta v = 3,7 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  (1,5 %), für die elektrische Spannung  $\Delta U = 0,7 \text{ V}$  (1,1 %) und für die Partikelintensität  $\Delta \text{Int} = 6,1 \text{ IE}$

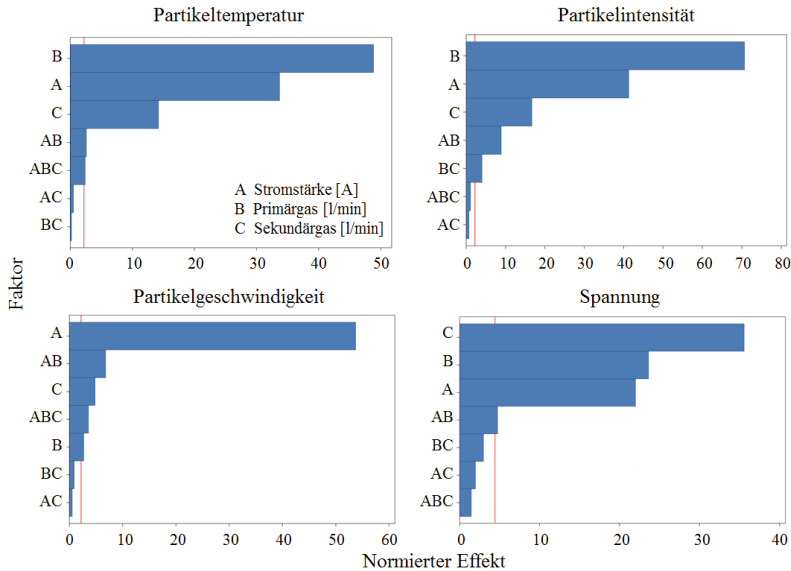


**Abb. 6.15:** Haupteffektdiagramme der Steuergrößen auf die Regelgrößen  
(a) Partikeltemperatur und (b) Spannung.

(5,5 %). Die Abweichungen sind damit wesentlich geringer, als die verwendete Regelgenauigkeit mit  $\Delta T = \pm 44,1^\circ\text{C}$ ,  $\Delta \text{Int} = \pm 9,1 \text{ IE}$ ,  $\Delta v = \pm 4,2 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  und  $\Delta U = \pm 0,9 \text{ V}$ . In dem für die Regelung verwendeten Bereich von  $\pm 15\%$  der Steuergrößen ist damit davon auszugehen, dass eine ausreichende Linearität zur Steuerung der Regelgrößen vorliegt.

### Wechselwirkungen zwischen den Steuergrößen

Bei der Variation der Regelgrößen können Wechselwirkungen zwischen den Steuergrößen die Genauigkeit der Regelung beeinflussen. In Abbildung 6.16 sind die Pareto-Diagramme der Haupt- und Wechselwirkungseffekte der Steuer- auf die Regelgrößen dargestellt.

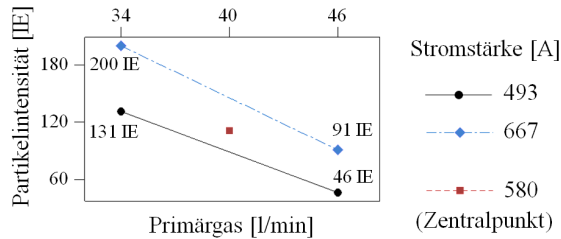


**Abb. 6.16:** Pareto-Diagramme mit den Haupt- und Wechselwirkungen der Steuer- auf die Regelgrößen.

Dabei sind teilweise signifikante Wechselwirkungen zu erkennen. Der quantitative Effekt dieser Wechselwirkungen fällt jedoch im Vergleich zu den Haupteffekten deutlich geringer aus. Dies soll unter Zuhilfenahme einer Beispielrechnung anhand eines der stärksten Wechselwirkungseffekte zwischen den Steuergrößen Stromstärke und Primärgas in Bezug auf die Regelgröße Partikelintensität illustriert werden (Abbildung 6.17): Der Wechselwirkungseffekt zwischen den beiden Steuergrößen beträgt über den gesamten Steuergrößenvariationsbereich insgesamt  $\Delta \text{Int}_{\text{ww, ges}} = 24 \text{ IE}$ , da durch Primärgasreduktion je nach Stromstärkeniveau eine Partikelintensitätserhöhung von  $\Delta \text{Int}_{493\text{A}} = 85 \text{ IE}$  ( $46 \rightarrow 131 \text{ IE}$ ) oder  $\Delta \text{Int}_{667\text{A}} = 109 \text{ IE}$  ( $91 \rightarrow 200 \text{ IE}$ ) realisiert wird. Aus diesem Grund beträgt unter der Annahme der linearen Verteilung der Wechselwirkungseffekt beispielsweise zum Ausgleich des Partikelinten-



sitätsabfalls von  $\Delta \text{Int} = 38 \text{ IE}$  im unregulierten Langzeitbeschichtungsversuch (Kapitel 6.1) nur  $\Delta \text{Int}_{\text{ww}} = 9,4 \text{ IE}$ . Und das auch nur für den sehr unwahrscheinlichen Fall, dass gleichzeitig die Stromstärke von  $-15\%$  auf  $+15\%$  erhöht wird.



**Abb. 6.17:** Wechselwirkungen zwischen den Steuergrößen Stromstärke und Primärgas in Bezug auf die Regelgröße Partikelintensität.

Bei der Anwendung der Regelung werden jedoch in den meisten Fällen nur leichte Anpassungen vorgenommen. Aus diesem Grund sind auch die Effekte der Wechselwirkungen relativ gering, da der Regelgenauigkeitsbereich für die Partikelintensität mit  $\Delta \text{Int} = \pm 9,1 \text{ IE}$  fast doppelt so groß ausfällt, wie die maximale Wechselwirkung von  $\Delta \text{Int}_{\text{ww}}$ . Die Effekte in Bezug auf die anderen Regelgrößen fallen noch geringer aus. Daher wurden die Wechselwirkungen in dem in Kapitel 6.3.3 dargestellten Regelungsmodell nicht aufgenommen. Das vereinfachte Regelungsmodell kann jedoch, sofern erforderlich, durch Wechselwirkungen erweitert werden, um damit eine noch präzisere Regelung zu ermöglichen (vgl. Diskussion in Kapitel 6.7).

Die Nichtlinearitäten und Wechselwirkungen können sich theoretisch gegenseitig potenzieren, wodurch auch stärkere Einflüsse möglich sind. Wichtig ist hier jedoch die Anmerkung, dass dies keinen Effekt auf die Beschichtungsergebnisse der Prozessregelungsversuche hat, da nur die Genauigkeit und der Erreichungsgrad der Vorgabewerte der Regelgrößen beeinflusst wird.

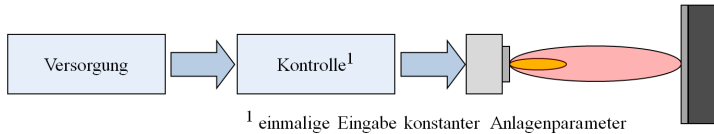
### 6.3.3 Statischer Regelungsansatz und Regelungsmodell

Im Folgenden werden das Prozessregelungsverfahren und das zugehörige Modell beschrieben, welche in dieser Arbeit verwendet werden. Aufgrund der speziellen prozesstechnischen Anforderungen bezüglich der Regelung wurden einige Anpassungen gegenüber dem konventionellen Regelungsmodell (Kapitel 3.1.3) vorgenommen: Zum einen basiert die Variation der Regelgrößen auf statischen Zusammenhängen, welche einmalig in einer Kalibrierungsphase unter Verwendung von statistischer Versuchsplanung und linearer Regression ermittelt werden. Diese bleiben über die komplette Versuchslaufzeit konstant. Zum anderen werden die Sollwerte der Regelgrößen über die Versuchslaufzeit nicht verändert, sondern nur einmalig zu Beginn festgelegt [73]. Ein weiterer grundlegender Unterschied liegt in der messtechnisch bedingten, zeitdiskreten Regelung, da für die Messung der Spritzstrahl vor dem Sensorkopf des Partikelmesssystems positioniert werden muss. Aus diesem Grund kann die Messung nur zwischen den Beschichtungszyklen und nicht über den kompletten Beschichtungsprozess erfolgen. Damit ist eine gezielte Einflussnahme auf den Prozess nur zu definierten Zeitpunkten, meist direkt vor der Beschichtung eines Bauteils, möglich. Im Gegensatz zu voll-automatischen Regelungssystemen erfolgt zudem die Variation der Steuergrößen manuell durch den Maschinenbediener (vgl. Kapitel 5.3.2).

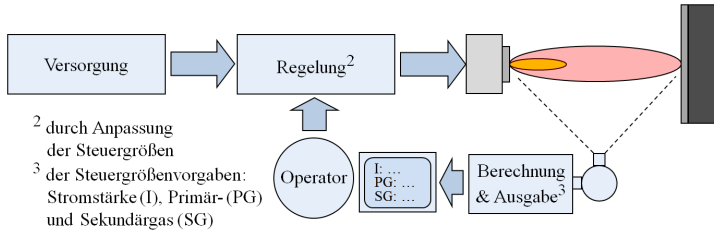
Insgesamt wird somit eine Regelungsmethodik verwendet, die auf statische, zeitdiskrete Elemente in Verbindung mit proportionalen Beziehungen zurückgreift, um drei Regelgrößen mithilfe von drei Steuergrößen zu variieren. Die Verwendung dieser vereinfachten Vorgehensweise ist für den atmosphärischen Plasmaspritzprozess nur anwendbar, weil die betrachteten Störgrößenauswirkungen, insbesondere der Elektrodenverschleiß, eine hinreichende Trägheit für diese Art der Regelung aufweist. Aus diesem Grund ist keine Modellierung des dynamischen

Verhaltens des Regelungssystems erforderlich. In Abbildung 6.18 ist das Prinzip für (a) ohne Prozessregelung und (b) mit semi-automatischer Prozessregelung schematisch dargestellt.

(a) Verfahren ohne Prozessregelung: feste Eingabeparameter<sup>1</sup>



(b) Verfahren mit semi-automatischer Prozessregelung

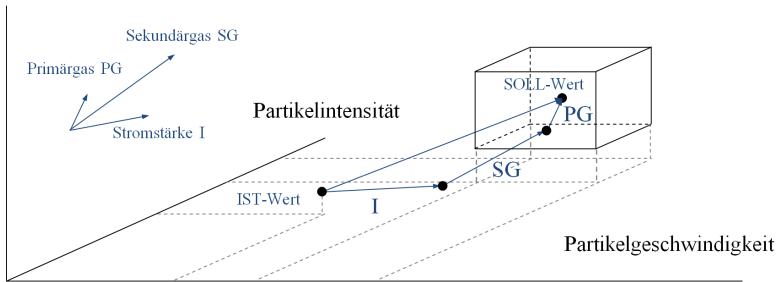


**Abb. 6.18:** Prinzipdarstellung des Beschichtungsverfahrens: (a) ohne Prozessregelung und (b) semi-automatische Prozessregelung (vgl. Schneider et al. [2]).

Die Regelung der Beschichtungszielgrößen erfolgt durch gleichzeitige Variation der drei Steuergrößen. Das Verfahren kann jedoch vereinfacht als sequenzielle Vektoraddition in einem 3-dimensionalen Raum angesehen werden. In Abbildung 6.19 ist beispielhaft der durch die Achsen Partikelintensität, -geschwindigkeit und Spannung aufgespannte Raum dargestellt, der den aktuellen Prozesszustand beschreibt.

Durch Kombination der Steuergrößen-Vektoren Stromstärke, Primär- und Sekundärgas ist es mathematisch möglich, den Prozesszustand von einem beliebigen aktuellen Istwert in einen definierten Zielbereich (Sollbereich) zu steuern. Dabei ist zu beachten, dass die Regelung nur im Bereich des Arbeitspunktes verwendet werden kann, da lediglich für diesen Bereich die Regelungszusammenhänge zwischen Steuer- und Regelgrößen nachgewiesen wurden. Die Vorgabewerte für die Steuergrößen

Spannung



**Abb. 6.19:** Regelungsprinzip auf Basis einer Vektoraddition im 3-dimensionalen Regelbereich mit den Steuergrößen Stromstärke ( $I$ ), Primär- ( $PG$ ) und Sekundärgas ( $SG$ ).

werden dabei computergestützt auf Basis des zugrunde liegenden Regelungsmodells aus linearen Regressionsbeziehungen ermittelt. Dabei muss beachtet werden, dass in diesem Modell aufgrund der geringen Effektstärke keine Wechselwirkungen berücksichtigt werden und von einer Linearität der Beziehungen ausgegangen wird (vgl. Kapitel 6.3.2).

Das Regelungsverfahren ist im Folgenden beispielhaft für die Durchführung der Grundlagenversuche in Kapitel 6.2.2 dargestellt:

#### *Schritt 1:* Ermittlung der Regressionsbeziehungen

- Versuchsplan durchführen (statistische Versuchsplanung)
  - Steuergrößen: Stromstärke  $I$  [A], Primärgas  $PG$  [ $\frac{l}{min}$ ], Sekundärgas  $SG$  [ $\frac{l}{min}$ ]; Niveau:  $\pm 15\%$
  - Regelgrößen: Partikelintensität  $Int$  [IE], Partikelgeschwindigkeit  $v$  [ $\frac{m}{s}$ ], Spannung  $U$  [V]
- Regressionskoeffizienten auf Basis von linearer Regression
  - Stromstärke:  $\alpha_1$  [ $\frac{IE}{A}$ ],  $\alpha_2$  [ $\frac{m/s}{A}$ ],  $\alpha_3$  [ $\frac{V}{A}$ ]
  - Primärgas:  $\beta_1$  [ $\frac{IE}{l/min}$ ],  $\beta_2$  [ $\frac{m/s}{l/min}$ ],  $\beta_3$  [ $\frac{V}{l/min}$ ]
  - Sekundärgas:  $\gamma_1$  [ $\frac{IE}{l/min}$ ],  $\gamma_2$  [ $\frac{m/s}{l/min}$ ],  $\gamma_3$  [ $\frac{V}{l/min}$ ]

- Zusammenhänge zwischen den Systemgrößen auf Basis von Regressionsbeziehungen (ohne Wechselwirkungen)

$$\text{i } Int[IE] = 174 IE + 0,3 \frac{IE}{A} (I[A]) - 8,1 \frac{IE}{l/min} (PG[\frac{l}{min}]) \\ + 7,6 \frac{IE}{l/min} (SG[\frac{l}{min}])$$

$$\text{ii } v[\frac{m}{s}] = 80,3 \frac{m}{s} + 0,2 \frac{m/s}{A} (I[A]) + 0,2 \frac{m/s}{l/min} (PG[\frac{l}{min}]) \\ + 1,2 \frac{m/s}{l/min} (SG[\frac{l}{min}])$$

$$\text{iii } U[V] = 38,9 V - 0,0 \frac{V}{A} (I[A]) + 0,4 \frac{V}{l/min} (PG[\frac{l}{min}]) \\ + 2,4 \frac{V}{l/min} (SG[\frac{l}{min}])$$

*Schritt 2:* Festlegung der vorgegebenen Zielwerte für die Regelgrößen

- Vorgabewerte ermitteln:  $Int_{soll}, v_{soll}, U_{soll}$
- Basis: Mittelwert der Regelgrößen der ersten fünf ungeregelten Messungen

*Schritt 3:* Berechnung der Steuergrößen-Vorgaben

- Auslesen der Ist-Messwerte in Echtzeit
  - Steuergrößen:  $I_{ist}, PG_{ist}, SG_{ist}$
  - Regelgrößen:  $Int_{ist}, v_{ist}, U_{ist}$
- Computergestützte Auswertung des linearen Gleichungssystems (11)
  - i  $Int_{ist} - Int_{soll} = \alpha_1 (I_{ist} - I_{soll}) + \beta_1 (PG_{ist} - PG_{soll}) \\ + \gamma_1 (SG_{ist} - SG_{soll})$
  - ii  $v_{ist} - v_{soll} = \alpha_2 (I_{ist} - I_{soll}) + \beta_2 (PG_{ist} - PG_{soll}) \\ + \gamma_2 (SG_{ist} - SG_{soll})$
  - iii  $U_{ist} - U_{soll} = \alpha_3 (I_{ist} - I_{soll}) + \beta_3 (PG_{ist} - PG_{soll}) \\ + \gamma_3 (SG_{ist} - SG_{soll})$

→ Ermittlung der Vorgabewerte:  $I_{soll}, PG_{soll}, SG_{soll}$
- Regelung erfolgt relativ zu den aktuellen Ist-Werten

Die ermittelten Vorgabewerte für die Steuergrößen stellen die Differenzen zu den aktuellen Istwerten dar. Diese werden vom Maschinenbediener an der Beschichtungsanlage eingegeben, um die vorgegebenen Regelgrößenzielwerte zu erreichen. Damit wird der semi-automatische Regelkreis geschlossen.

Aufgrund von Variationen in den Prozessgrößen treten bei der Umsetzung im industriellen Umfeld teilweise Abweichungen von den mathematischen Berechnungen auf. Wenn eine Regelgröße nicht den gewünschten Wert erreicht, kann jedoch eine weitere Iterationsstufe der Regelung durchgeführt werden. Aufgrund der geringeren Regelgrößen-differenz ist dabei von einem wesentlich besseren Erreichungsgrad der vorgegebenen Werte auszugehen.

## 6.4 Überprüfung der Prozessregelungsansätze in Langzeitbeschichtungsversuchen

Im Folgenden werden die in Kapitel 6.2.3 definierten Prozessregelungsansätze auf den atmosphärischen Plasmaspritzprozess angewendet. Dazu werden Langzeitbeschichtungsversuche mit 40 bis 70 Stunden Laufzeit durchgeführt und die Auswirkungen der Regelung auf die Beschichtungszielgrößen ermittelt. Als Regelgrößen werden die Kapitel 6.2 ermittelten Messgrößen Partikelgeschwindigkeit ( $v$ ), Spannung ( $U$ ) und die Partikeltemperatur ( $T$ ) oder Partikelintensität ( $Int$ ) verwendet.

Die Ergebnisse in Kapitel 6.4.1 und 6.4.2 sind gemäß der Beschreibung in Kapitel 6.1 normiert dargestellt, um eine direkte Vergleichbarkeit zu den Messergebnissen im ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuch zu gewährleisten. Die Versuchslaufzeit beider Versuche beträgt wie in Kapitel 6.1 mehr als 40 Stunden. Die Messergebnisse der nachfolgenden Versuche dieses Kapitels werden mit absoluten Werten dargestellt, um eine Transparenz der Anlagenparameter zu gewährleisten.

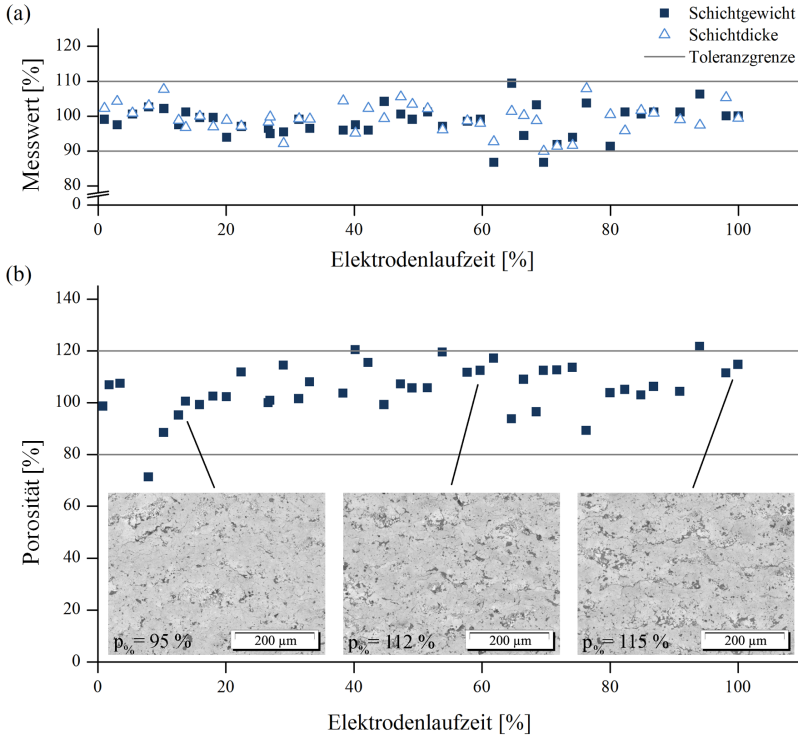
### 6.4.1 T,v,U-Regelungsansatz

Der Ansatz basiert auf den Regelgrößen Partikeltemperatur, -geschwindigkeit und Spannung (*T,v,U-Regelung*). Die Beschichtungsergebnisse zeigen insgesamt parallele Verläufe für Schichtdicke und Schichtgewicht (Abbildung 6.20a). Dabei tritt insbesondere in der zweiten Hälfte der Versuchslaufzeit eine erhöhte Prozessstreuung auf, wodurch die Toleranzgrenzen von  $\pm 10\%$  teilweise überschritten werden. Im Gegensatz zum Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung (Kapitel 6.1) ist jedoch kein Trend erkennbar. Bezüglich der Porosität ist dagegen ein leicht steigender Trend berechnet worden und es ist auch hier eine verstärkte Streuung der Messwerte zu beobachten. Dabei können teilweise starke Veränderungen in der Mikrostruktur der Schicht auftreten (vgl. Abbildung 6.20b). Zur Quantifizierung der Prozessschwankungen wurden für alle drei Beschichtungszielgrößen die Prozessfähigkeitskennwerte berechnet. Dabei sind  $c_{pk} = 0,7$  für die Schichtdicke,  $c_{pk} = 0,6$  für das Schichtgewicht und  $c_{pk} = 0,5$  für die Porosität ermittelt worden. Die zur Regelung verwendeten Abhängigkeiten zwischen den Steuergrößen – Stromstärke (I), Primär- (PG) und Sekundärgas (SG) – und den Regelgrößen – Partikeltemperatur (T), Partikelgeschwindigkeit (v) und Spannung (U) – sind normiert in Tabelle 6.10 dargestellt.

**Tab. 6.10:** Regressionskoeffizienten zwischen den Steuer- und Regelgrößen im *T,v,U-Regelungsversuch*.

Systemgröße	T [%]	v [%]	U [%]
Stromstärke [%]	0,2	0,6	-0,3
Primärgas [%]	-0,4	0,0	0,2
Sekundärgas [%]	0,1	0,1	0,3

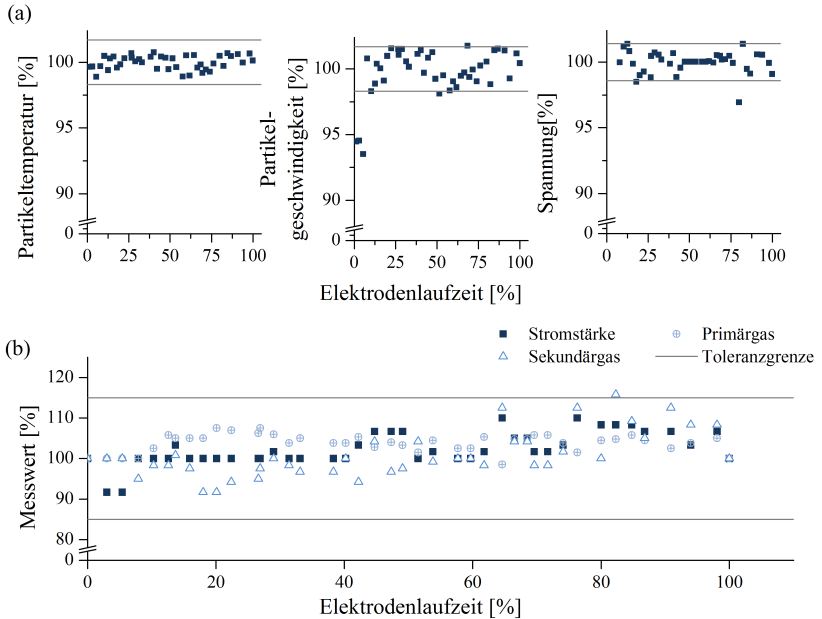
Relativ betrachtet ist die Sensitivität der Regelgrößen gering, da durch eine Steuergrößenveränderung von 1 % nur eine Regelgrößenveränderung von maximal 0,6 % bewirkt wird. Trotzdem konnte unter Verwendung dieser Zusammenhänge der elektrodenverschleißbedingte



**Abb. 6.20:** Beschichtungsergebnisse über der Elektrodenlaufzeit im  $T, v, U$ -Regelungsversuch (Laufzeit > 40 h): (a) Schichtdicke und Schichtgewicht; (b) Porosität, ergänzt um die Darstellung charakteristischer Schichtmikrostrukturen.

Abfall der Regelgrößen kompensiert werden. Die Regelgrößen wurden dabei im vorgegebenen Zielbereich gehalten, der in Kapitel 6.3.1 ermittelt wurde (Abbildung 6.21a). Nur bei den ersten drei Messwerten wurde aufgrund eines Regelungsfehlers die Partikelgeschwindigkeit nicht geregelt und keine Spannungswerte aufgenommen. Der vorgegebene Steuergrößenbereich von  $\pm 15 \%$  hat insgesamt ausgereicht, um eine Kompensation der Regelgrößen zu bewirken (Abbildung 6.21b).





**Abb. 6.21:** Verlauf der (a) Regel- und (b) Steuergrößen im  $T, v, U$ -Regelungsversuch über der Elektrodenlaufzeit.

Nur bei einem Teilversuch wurde die obere Toleranzgrenze des Sekundärgases leicht überschritten. Die Regelung hat dazu geführt, dass nach einer leichten Absenkung zu Beginn das sekundäre Plasmagas um bis zu 15 % und die Stromstärke kontinuierlich um bis zu 10 % gesteigert wurde. Zudem ist das Primärgas um bis zu 7 % erhöht worden.

### Interpretation der Ergebnisse der $T, v, U$ -Regelung

Obwohl die Regelgrößen durch Variation der Steuergrößen konstant gehalten werden konnten, ist eine relativ starke Streuung bezüglich der drei Beschichtungszielgrößen ermittelt worden. Wie bereits im ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuch ersichtlich wurde, korrelieren die Ergebnisse von Schichtdicke und Schichtgewicht trotz der sich erhöhenden Porosität. Dabei konnte der abfallende Trend beider Zielgrößen

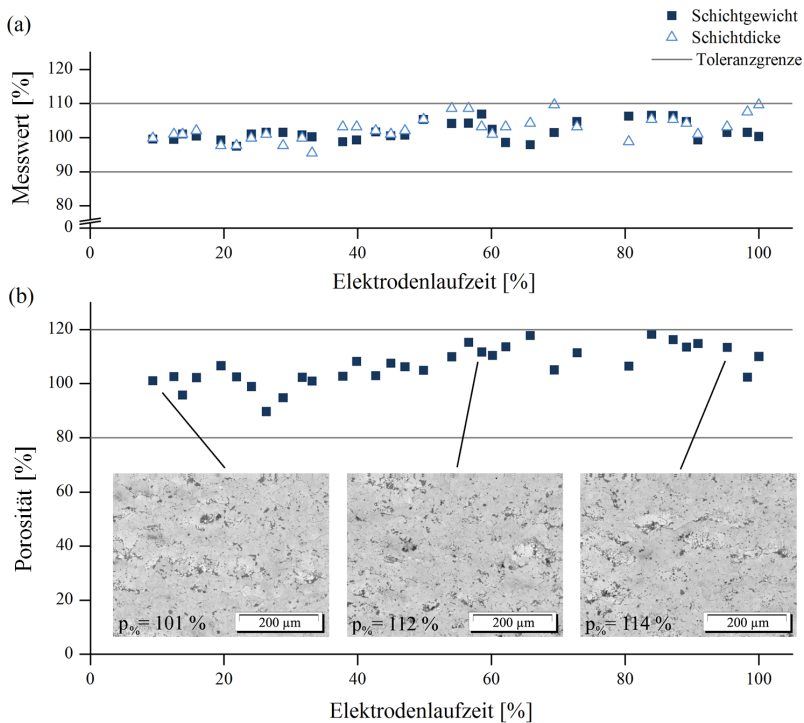
ßen mithilfe der Regelung verringert werden. Die Prozessstreuung hat jedoch insbesondere in der zweiten Hälfte der Versuchslaufzeit zugenommen. Diese kann auf Basis der ermittelten Messgrößen nicht erklärt werden, da keine stärkeren Schwankungen im Vergleich zur ersten Hälfte der Versuchslaufzeit ermittelt wurden. Der Porositätsanstieg konnte im Vergleich zum unregelmäßigen Langzeitbeschichtungsversuch reduziert werden. Die durchschnittliche Erhöhung über die komplette Elektrodenlaufzeit beträgt 13 %. Auch bei diesem Versuch ist eine relativ starke Streuung zu erkennen. Diese führt dazu, dass die Toleranzgrenzen teilweise überschritten wurden. Eine optische Bewertung der Schichtmikrostruktur ergibt, dass durch die Regelung keine zusätzlichen Mikrorisse oder Auffälligkeiten bewirkt wurden.

Durch das Regelungsverfahren wurde, wie erwartet, eine Sekundärgaserhöhung bewirkt, welche den Spannungsabfall über die Versuchslaufzeit kompensiert hat. Grundsätzlich ist der Ausgleich auch durch Veränderung anderer Steuergrößen möglich. Allerdings ist Wasserstoff als Sekundärgas aufgrund seines geringen Effektes auf die anderen Regelgrößen prädestiniert, einen Spannungsabfall zu kompensieren, ohne die anderen Regelgrößen in besonderem Maße zu beeinflussen (Tabelle 6.10).

Insgesamt ist die Prozessstabilität unter Verwendung der  $T, v, U$ -Regelung leicht erhöht worden. Der Spannungsabfall und der Trend bezüglich der drei Beschichtungszielgrößen wurden reduziert, aber durch die erhöhte Streuung ist dieser stabilisierende Effekt bezüglich Schichtdicke und Schichtgewicht größtenteils kompensiert worden. Trotz der nur bedingt verbesserten Prozessfähigkeitskennwerte wurde mit diesem Versuch gezeigt, dass eine Beeinflussung der Beschichtungszielgrößen mit den Steuergrößen möglich ist und damit prinzipiell die elektrodenverschleißbedingten Effekte kompensiert werden können.

### 6.4.2 $\text{Int}, v, U$ -Regelungsansatz

Der zweite Ansatz basiert auf den Regelgrößen Partikelintensität, -geschwindigkeit und Spannung ( $\text{Int}, v, U$ -Regelung). Im Vergleich zum vorherigen Versuch wurde die Partikelintensität statt der Partikeltemperatur als Regelgröße verwendet. Die Ergebnisse zeigen insgesamt sehr geringe Schwankungen bezüglich der Beschichtungszielgrößen und es sind keine Ausreißer über die Toleranzgrenzen ermittelt worden (Abbildung 6.22). Dabei ist ein leicht steigender Trend für alle drei Zielgrößen



**Abb. 6.22:** Beschichtungsergebnisse über der Elektrodenlaufzeit im  $\text{Int}, v, U$ -Regelungsversuch (Laufzeit > 40 h): (a) Schichtdicke und Schichtgewicht; (b) Porosität, ergänzt um die Darstellung charakteristischer Schichtmikrostrukturen.

zu erkennen, wodurch beispielsweise für die Schichtdicke die obere Toleranzgrenze erreicht wird. Für die Porosität zeigt sich dies unter anderem an der Veränderung der Mikrostruktur. Neben der leichten Erhöhung der Porosität wurden jedoch keine zusätzlichen Mikrorisse oder andere Auffälligkeiten über die Versuchslaufzeit festgestellt. Insgesamt sind damit die vorgegebenen Toleranzgrenzen für alle Beschichtungszielgrößen eingehalten worden. Dies ist auch anhand der Prozessstabilität nachweisbar. Die Kennwerte betragen  $c_{pk} = 0,7$  für die Schichtdicke und  $c_{pk} = 1,0$  für das Schichtgewicht. Außerdem konnte auch die Prozessfähigkeit für die Porosität auf  $c_{pk} = 0,6$  gesteigert werden.

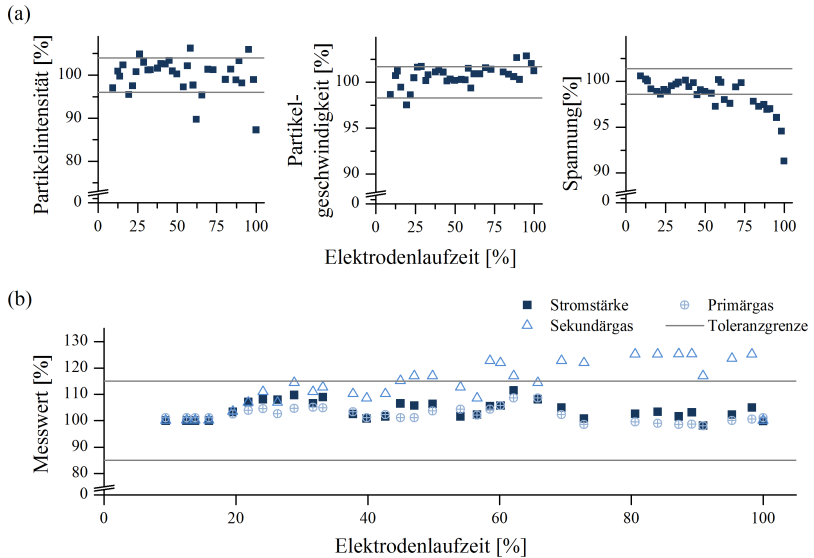
Die zur *Int,v,U-Regelung* verwendeten Regressionskoeffizienten sind in Tabelle 6.11 dargestellt. Diese zeigen qualitativ ähnliche Zusammenhänge für Partikelgeschwindigkeit (v) und Spannung (U), wie bei der *T,v,U-Regelung*. Aufgrund der bereits in Kapitel 6.3.1 beschriebenen höheren Sensitivität der Partikelintensität (Int) wurden für diese Messgröße stärkere Effekte festgestellt. Diese sind jedoch erforderlich, da größere relative Veränderungen dieser Messgröße über die Elektrodenlaufzeit kompensiert werden müssen.

**Tab. 6.11:** Regressionskoeffizienten zwischen den Steuer- und Regelgrößen im *Int,v,U-Regelungsversuch*.

Systemgröße	Int [%]	v [%]	U [%]
Stromstärke [%]	1,5	0,6	-0,2
Primärgas [%]	-2,3	0,1	0,2
Sekundärgas [%]	0,6	0,1	0,3

Die Regelungsvorgaben konnten in den meisten Versuchen eingehalten werden (Abbildung 6.23a). Im Gegensatz zum *T,v,U-Regelungsversuch* sind jedoch Ausreißer zu beobachten und die Spannung konnte zum Ende der Versuchslaufzeit nicht mehr auf konstantem Niveau gehalten werden. Dies ist darauf zurückzuführen, dass das Sekundärgas bereits stark gesteigert und damit das Wasserstoffverhältnis im Plasmagas bis an die Grenze des vorgesehenen Bereiches erhöht wurde (Ab-

bildung 6.23b). Die Steigerung verfolgt bis zum Grenzwert von 25 % bei 60 % Elektrodenlaufzeit einen tendenziell steigenden Verlauf und bleibt danach relativ konstant. Im Vergleich dazu wurden nur leichte Anpassungen bei Stromstärke und Primärgas von maximal 12 % vorgenommen.



**Abb. 6.23:** Verlauf von (a) Regel- und (b) Steuergrößen über der Versuchslaufzeit im *Int,v,U-Regelungsversuch*.

### Interpretation der Ergebnisse der *Int,v,U-Regelung*

Die Schwankungen der Beschichtungsergebnisse sind gegenüber dem Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung und dem *T,v,U-Regelungsversuch* reduziert worden. Damit wurden auch die Mikrostruktureigenschaften stabilisiert, sodass eine Porositätssteigerung über die obere Toleranzgrenze vermieden werden konnte. Die Trends aller drei Beschichtungszielgrößen sind jedoch auch mit der *Int,v,U-Regelung* nicht vollständig kompensiert worden.

Bei den Regelgrößen wurden, wie erwartet, stärkere Schwankungen bei der Partikelintensität festgestellt (Abbildung 6.23a), weshalb auch das Regelfenster größer gewählt wurde (vgl. Kapitel 6.3.1). Die Schwankungen haben jedoch zu keinen Ausreißern bei den Beschichtungszielgrößen geführt. Neben den Schwankungen bei der Partikelintensität sind auch bezüglich der Spannung variierende Messwerte ermittelt worden. Diese traten jedoch hauptsächlich zum Ende der Versuchslaufzeit auf, da der maximale Wasserstoffgehalt im Plasma erreicht und damit keine weitere Kompensation des Spannungsabfalls möglich war. Dabei ist zu beachten, dass trotz des nicht vollständig kompensierten Spannungsabfalls, keine signifikanten Veränderungen bezüglich der Beschichtungszielgrößen aufgetreten sind, obwohl aufgrund der relativ konstanten Stromstärke auch ein Leistungsabfall bewirkt wurde. Dies führt zur Schlussfolgerung, dass eine Reduktion der Spannung um wenige Prozent nicht direkt zu einer Beeinflussung der Beschichtungsqualität führt und der Regelungsgenauigkeitsbereich erweitert werden könnte. Gegenüber dem *T,v,U-Regelungsversuch* fällt die höhere Kompensation des Spannungsabfalls durch Wasserstoff auf, welche grundsätzlich auf eine stärkere Elektrodenerosion hindeutet. Dadurch konnte das Sekundärgas nicht innerhalb des vorgesehen Bereiches von  $\pm 15\%$  gehalten werden. Es wurde jedoch trotzdem kein kritisches Wasserstoffniveau erreicht, da das Primärgas gleichzeitig auf konstantem Niveau lag und die  $15\%$ -Grenze auf Basis einer Worst-Case-Betrachtung mit gesenktem Primärgas ( $-15\%$ ) basiert. Die hohe Kompensation kann damit auch als erfolgreicher Test zur Anwendbarkeit der Regelung über den Nahbereich der  $\pm 15\%$  hinaus betrachtet werden, da die Regelung funktioniert hat und gleichzeitig die Elektrodenlaufzeit nicht signifikant reduziert wurde.

### 6.4.3 Vergleich und Interpretation der Beschichtungsergebnisse

Zum Vergleich der Ergebnisse der Langzeitbeschichtungsversuche wurde eine detaillierte Analyse der Prozessfähigkeit bezüglich aller Beschichtungszielgrößen durchgeführt. Dazu sind in Tabelle 6.12 die Prozessfähigkeiten und Spannweiten für die drei Beschichtungsversuche in Bezug auf Schichtdicke, Schichtgewicht und Porosität angegeben.

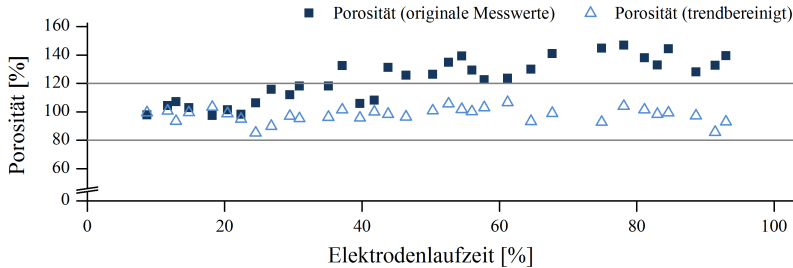
**Tab. 6.12:** Vergleich der Prozessstabilität des unregulierten Beschichtungsprozesses und der Regelungsversuche anhand von Spannweite  $R$ , Prozessfähigkeit  $c_{pk}$  und trendbereinigter Prozessfähigkeit  $c_{pk,t}$ .

Prozessregelung	Schichtdicke [%]			Schichtgewicht [%]			Porosität [%]		
	$R$	$c_{pk}$	$c_{pk,t}$	$R$	$c_{pk}$	$c_{pk,t}$	$R$	$c_{pk}$	$c_{pk,t}$
Ohne Regelung	13,5	0,7	1,0	13,8	0,6	1,6	52,3	0,0	0,9
T,v,U-Regelung	18,0	0,7	0,8	22,7	0,6	0,7	50,2	0,5	0,8
Int,v,U-Regelung	14,1	0,7	1,1	9,4	1,0	1,4	28,6	0,6	1,3

Bei der Interpretation der Werte ist jedoch zu beachten, dass die statistischen Modelle der Prozessfähigkeitsindizes auf einer Normalverteilung der Messwerte basieren. Daher haben die Kennzahlen bei komplexen und trendbehafteten Prozessen, die keine ideale Normalverteilung aufweisen (vgl. Kapitel 6.3.1), eine verringerte Aussagekraft. Die berechnete Prozessfähigkeit basiert auf verteilungscharakterisierenden Größen wie dem Mittelwert  $\mu$  und der Standardabweichung  $\sigma$ , die aufgrund der Anzahl an Einzelmesswerten ( $n > 30$ ) als korrekt angenommen werden können. Auf Basis der  $c_{pk}$ -Werte ist jedoch unter anderem kein Rückschluss auf die Anzahl der Ausreißer möglich, da die Einzelmesswerte keine Normalverteilung aufweisen.

Um eine Analyse der Prozessstreuung und der Standardabweichung zu ermöglichen, wurde eine Trendbereinigung der Messwerte vorgenommen und die Prozessfähigkeit  $c_{pk,t}$  der resultierenden, auf den Mittelwert zentrierten Messreihe als zusätzliche Interpretationsgrundlage ermittelt. Dazu wurde der ansteigende, lineare Trend von den Messwer-

ten der Porosität abgezogen und somit eine trendbereinigte Messreihe erzeugt. In Abbildung 6.24 ist beispielhaft die originale und trendbereinigte Messreihe der Porosität im ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuch dargestellt.

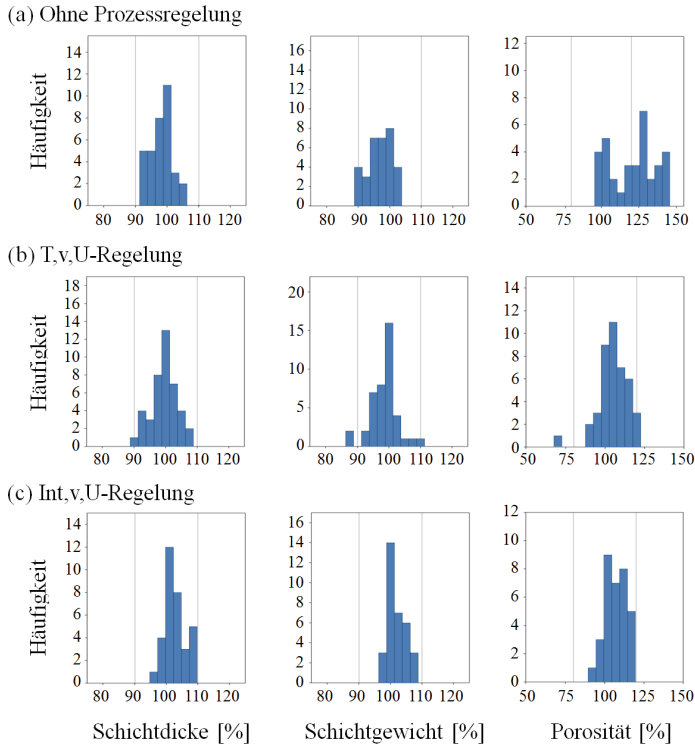


**Abb. 6.24:** Beispielhafte Trendbereinigung und Zentrierung anhand der Porositätsmesswerte im ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuch.

Während die Prozessfähigkeit der ursprüngliche Messreihe aufgrund des starken Trends  $c_{pk} = 0,0$  beträgt, liegt diese für die trendbereinigte, zentrierte Messreihe bei  $c_{pk} = 0,9$ . Außerdem befinden sich alle ermittelten Messpunkte innerhalb der vorgegebene Toleranz von  $\Delta p = \pm 20\%$ . Daraus folgt, dass die Porosität im Kurzzeitbereich eine relativ hohe Stabilität aufweist und die verringerten Prozessfähigkeitskennwerte hauptsächlich auf den Trend zurückzuführen sind. Neben der Prozessfähigkeitsanalyse wurden für alle Beschichtungszielgrößen Histogramme erstellt, welche zur grafischen Analyse der Ergebnisse dienen (Abbildung 6.25). Dabei wurde für alle Grafiken die gleiche Klassenbreite verwendet. Außerdem ist die Häufigkeit auf die Anzahl der Versuche normiert worden, um einen direkten grafischen Vergleich zu ermöglichen.

Die Ergebnisse zeigen für die *Int,v,U-Regelung* insgesamt die stärkste Stabilisierung des Prozesses bezüglich der drei Beschichtungszielgrößen. Die größten Verbesserungen werden dabei bezüglich der Porosität erreicht, deren Prozessfähigkeit auf  $c_{pk,p} = 0,6$  steigt, während die Spannweite prozentual nahezu halbiert wird. Auch die Prozessfä-





**Abb. 6.25:** Histogramme der Ergebnisse in den Langzeitbeschichtungsversuchen: (a) *ohne Prozessregelung*, (b)  $T,v,U$ -, (c)  $Int,v,U$ -Regelung.

higkeit bezüglich des Schichtgewichts erhöht sich auf  $c_{pk,G} = 1,0$  und die Spannweite sinkt um 40 %. Dabei ist zu beachten, dass diese Erhöhung der Prozessfähigkeit gemäß der Prozessfähigkeitstheorie, unter Berücksichtigung der oben genannten Einschränkungen, einer theoretischen Reduktion der Ausreißer um mehr als 90 % entspricht (vgl. Kapitel 3.1.1).

Neben den absoluten Werten zeigen die trendbereinigten  $c_{pk}$ -Werte, dass auch die Streuung bei der  $Int,v,U$ -Regelung auf niedrigem Niveau liegt. Hier weist insbesondere die  $T,v,U$ -Regelung wesentlich niedrige-

re Prozessfähigkeitskennwerte auf. Eine Erklärung für die starken Unterschiede in der Streuung der Beschichtungsergebnisse zwischen den beiden Regelungsversuchen ist auf Basis der ermittelten Messgrößen nur bedingt möglich. Insbesondere, da die Regelungsvorgaben bei der *T,v,U-Regelung* im Vergleich zur *Int,v,U-Regelung* genauer eingehalten werden konnten und bei Ersterer trotzdem eine stärkere Streuung aufgetreten ist. Grundsätzlich müssten die Effekte jedoch mit der Veränderung der Regelgröße von Partikeltemperatur auf Partikelintensität zusammenhängen. Die Partikelintensität ist offensichtlich stark ausschlaggebend für Prozessschwankungen in Bezug auf Schichtdicke und Schichtgewicht. Aus diesem Grund werden die Auswirkungen und Unterschiede ausführlich in Kapitel 6.4.4 analysiert.

Neben der *Int,v,U-Regelung* sind auch für den ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuch hohe trendbereinigte Prozessfähigkeitskennwerte  $c_{pk,t}$  ermittelt worden. Dies stimmt mit der geringen Streuung der Partikelmessgrößen bei diesem Versuch überein und bestätigt, dass die Kurzzeitschwankungen im Vergleich zu den Veränderungen über die komplette Versuchslaufzeit gering ausfallen (vgl. Kapitel 6.3.1). Ein weiterer Grund für die geringen Schwankungen liegt wahrscheinlich darin, dass der Versuch zur Ermittlung der Grundzusammenhänge diente und daher ohne Abschaltung des Brenners durchgeführt wurde.

Trotz der stark verbesserten Prozessfähigkeit von Schichtgewicht und Porosität bei der *Int,v,U-Regelung* hat sich der  $c_{pk}$ -Wert der Schichtdicke nicht verbessert. Es gibt daher zusätzliche Faktoren, die Auswirkungen auf die Schichtdicke haben und sich nicht direkt im Schichtgewichtsergebnis widerspiegeln. Ein möglicher Grund ist beispielsweise, dass das Schichtgewicht als aufsummierter Wert über das komplette Bauteil ermittelt wird und somit einen normalisierten Mittelwert der Schichtdicken über das Bauteil repräsentiert (vgl. Kapitel 6.7).

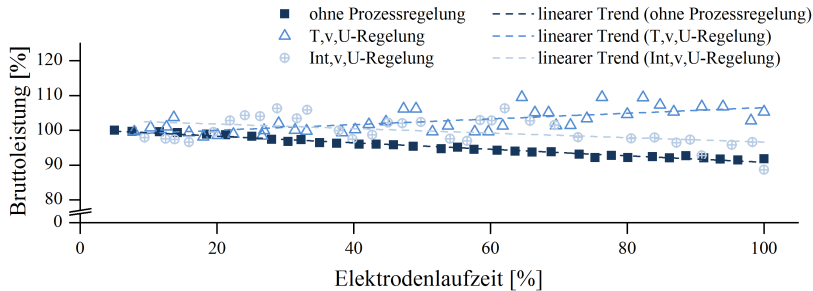
Der Toleranzbereich der Regelgrößen konnte durch die Variation der Steuergrößen insgesamt eingehalten werden. Insbesondere bei der *T,v,U-Regelung* wurden dabei geringe Schwankungen festgestellt. Bei der

*Int,v,U-Regelung* musste der Spannungsabfall jedoch durch eine starke Erhöhung des Sekundärgases kompensiert werden. Dies zeigt, dass je nach Elektrodenqualität und Verschleißgeschwindigkeit eine angepasste Kompensation des Regelgrößenabfalls durch die Steuergrößen erforderlich ist. Der grundsätzliche Verlauf ist jedoch ähnlich: Die Kompensation des Spannungsabfalls wird hauptsächlich über eine Erhöhung des Sekundärgases realisiert, während die anderen beiden Regelgrößen durch eine kombinierte Anpassung von Stromstärke und Primärgas variiert werden.

### **Analyse der Leistung in den Prozessregelungsversuchen**

Der Einfluss der elektrischen Leistung auf den Beschichtungsprozess wurde im Theorieteil der vorliegenden Arbeit ausführlich diskutiert. In den Grundlagenversuchen zur Entwicklung des Regelungsmodells in Kapitel 6.2.1 ist die Leistung jedoch als Einflussfaktor ausgeschlossen worden. Trotzdem wird der grundlegende Effekt der Leistung auf den atmosphärischen Plasmaspritzprozess nicht in Frage gestellt. In der vorliegenden Arbeit und mit der spezifischen Anlagenkonfiguration sind jedoch andere Einflussgrößen ermittelt worden, welche einen stärkeren Einfluss auf die Beschichtungszielgrößen aufweisen und daher besser für eine Prozessregelung geeignet sind (vgl. Tabelle 6.1 in Kapitel 6.2). Obwohl die Leistung daher nicht als Regelgröße betrachtet wurde, soll diese Messgröße aufgrund der praktischen Relevanz in Beschichtungsunternehmen im Folgenden analysiert werden. Dazu ist der Verlauf der (Brutto-)Leistung in den drei Langzeitbeschichtungsversuchen in Abbildung 6.26 dargestellt.

Im ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuch sinkt die Bruttoleistung proportional mit der Spannung kontinuierlich über die Elektrodenlaufzeit ab. Obwohl bei der *T,v,U-* und *Int,v,U-Regelung* die Spannung konstant geregelt wird, sind für beide Regelungsversuche andere Leistungsverläufe ermittelt worden. Während die Bruttoleistung beim *T,v,U-Regelungsversuch* um ungefähr 10 % steigt, sinkt diese bei der



**Abb. 6.26:** Bruttoleistung über der Elektrodenlaufzeit in den Langzeitbeschichtungsversuchen.

*Int,v,U-Regelung* ab. Zudem weist diese mit  $s_{P;Int,v,U} = 3,5\%$  eine stärkere trendbereinigte Streuung auf als die *T,v,U-Regelung* mit  $s_{P;T,v,U} = 2,5\%$ . Der Grund für den Abfall der Bruttoleistung im *Int,v,U-Regelungsversuch* liegt jedoch in der sinkenden Spannung. Diese konnte aufgrund des bereits sehr hohen Wasserstoffverhältnisses im Plasmagas ab ungefähr 75 % Elektrodenlaufzeit nicht mehr auf konstantem Niveau gehalten werden. Aus diesem Grund ist die Spannung um bis zu 9 % abgefallen und damit auch die Bruttoleistung proportional gesunken.

Die stark verringerte Bruttoleistung bei der *Int,v,U-Regelung* hat zu keiner signifikanten Beeinflussung der Beschichtungsergebnisse geführt. Unter der Annahme eines konstanten Wirkungsgrades (vgl. Diskussion in Kapitel 6.5) bestätigen die Ergebnisse daher die Entscheidung aus Kapitel 6.2.1, die Nettoleistung nicht als Regelgröße zu verwenden. Zur Verifizierung wird die Leistungsregelung in Kapitel 6.5 durchgeführt und die Ergebnisse direkt mit der *Int,v,U-Regelung* und dem ungeregelten Beschichtungsversuch verglichen.

#### 6.4.4 Auswahl der leistungsfähigsten Prozessregelung

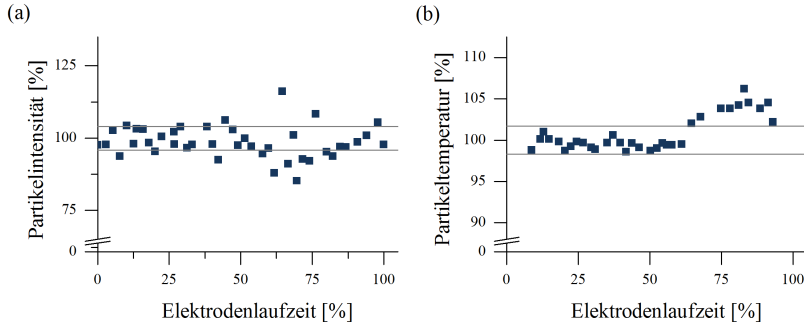
Beide Regelungsansätze zeigen im Vergleich zum ungeregelten Langzeitbeschichtungsprozess verbesserte Ergebnisse über der Elektroden-

laufzeit. Beim *Int,v,U-Regelungsversuch* wurde im Vergleich zur *T,v,U-Regelung* insgesamt die stärkere Stabilisierung bezüglich der Beschichtungszielgrößen ermittelt (vgl. Tabelle 6.12 in Kapitel 6.4.3).

Eine mögliche Erklärung für die geringere Aussagekraft der Partikeltemperatur ist das bereits beschriebene Messvolumen, welches im Vergleich zur Partikelintensität einen kleineren Bereich des Partikelstrahls abdeckt und daher sensitiver auf Spritzstrahlveränderungen im betrachteten Bereich reagiert. Aufgrund der Messmethodik wird die Partikelintensität über den kompletten Partikelstrahl ermittelt und ist daher beispielsweise zur Bestimmung des Schichtgewichtes ein wesentlich aussagekräftigerer Messwert. Dies ist auch darauf zurückzuführen, dass der Partikelstrahl unterschiedliche Formen annehmen kann: Je nach Parametersatz oder Verschleißzustand der Elektroden wird der Plasmastrahl beeinflusst und damit ein konzentrierter oder relativ „breiter“ Partikelstrahl erzeugt. Dies hat Auswirkungen auf die Trajektorien der Pulverpartikel im Plasmastrahl und damit den Aufschmelzvorgang der Partikel. Daher würden mit den beiden Spritzstrahlen, trotz gleicher Partikeltemperatur im Zentrum, unterschiedliche Beschichtungsergebnisse erzeugt werden.

Zur weiteren Analyse werden die beiden jeweils nicht geregelten Messgrößen – die Partikelintensität im *T,v,U-Regelungsversuch* und die Partikeltemperatur im *Int,v,U-Regelungsversuch* – untersucht (Abbildung 6.27).

Es treten relativ hohe Schwankungen bei der ungeregelten Partikelintensität im Bereich von mehr als 20 % auf (Abbildung 6.27a). Diese sind höher als der für die *Int,v,U-Regelung* vorgegebene Toleranzbereich der Regelgrößen und damit ein möglicher Grund für die starke Streuung insbesondere bezüglich Schichtdicke und Schichtgewicht. Bei der Betrachtung der Partikeltemperatur im *Int,v,U-Regelungsversuch* fällt ein starker Partikeltemperaturanstieg bei ungefähr 65 % der Versuchslaufzeit auf (Abbildung 6.27b). Der Partikeltemperaturanstieg liegt mit mehr als 5 % bei ungefähr der dreifachen Toleranzbreite im Vergleich zur



**Abb. 6.27:** Verlauf von (a) Partikelintensität im  $T,v,U$ -Regelungsversuch und (b) Partikeltemperatur im  $Int,v,U$ -Regelungsversuch über der Elektrodenlaufzeit.

$T,v,U$ -Regelgenauigkeit. Trotzdem sind nur geringe Auswirkungen auf die Beschichtungsergebnisse des  $Int,v,U$ -Regelungsversuches bewirkt worden. Eine mögliche Interpretation liegt in der Kompensation eines Abfalls der Partikelintensität (Abbildung 6.23a): Dieser deutet sich zwischen 50 % und 60 % der Versuchslaufzeit durch leicht reduzierte Messwerte an, wird jedoch durch den Regelalgorithmus kompensiert, indem Primärgas und die Stromstärke erhöht und damit die Partikelintensität konstant gehalten werden. Dies führte gleichzeitig zu einem Anstieg der Partikeltemperatur, ohne jedoch direkte Auswirkungen auf die Beschichtungszielgrößen zu bewirken. Der Auslöser könnte beispielsweise eine elektrodenverschleißbedingte Lichtbogenveränderung sein, welche zu Verschiebungen bei den Partikeleigenschaften in einzelnen Spritzstrahlbereichen führen. Die Partikelintensität wird durch diese Verschiebung nur unwesentlich beeinflusst, weil der gesamte Spritzstrahl für die Messung verwendet wird.

Insgesamt zeigen die Analysen, dass auf Basis einer konstanten Partikelintensität in Verbindung mit Partikelgeschwindigkeit und Spannung die größtmögliche Steigerung der Prozessstabilität ermöglicht wird. Insbesondere im Langzeitbereich werden elektrodenverschleißbedingte Ef-

fekte mit der Partikelintensität besser kompensiert, als durch die Partikeltemperatur. Auch wenn die Schwankungen und Trends unter Anwendung der Prozessregelung nicht komplett kompensiert werden konnten, wird daher auf Basis der bisherigen Versuchsergebnisse die *Int,v,U-Regelung* als leistungsfähigste Prozessregelung identifiziert.

Definition der finalen Systemgrößen der entwickelten Prozessregelung:

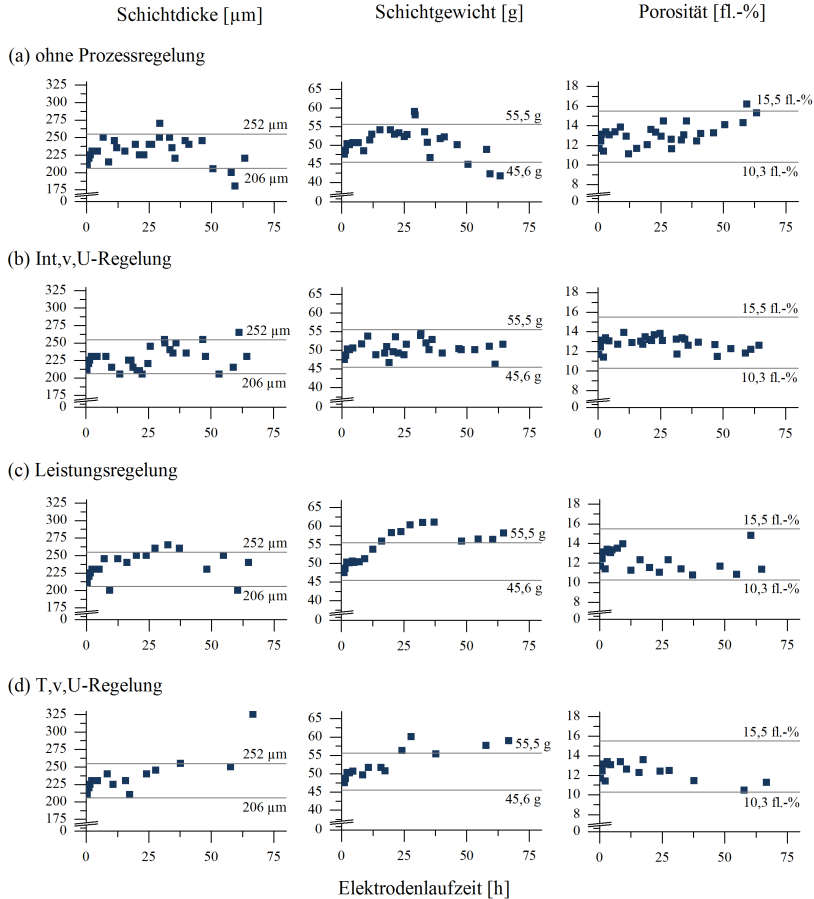
- *Regelgrößen*: Partikelintensität, -geschwindigkeit und Spannung
- *Steuergrößen*: Stromstärke, Primär- und Sekundärgas

## 6.5 Verifizierung der Prozessregelung und Vergleich zur Leistungsregelung

Bei den Langzeitbeschichtungsversuchen konnten singularär auftretende Einflussfaktoren aufgrund der zeitlich versetzten Versuchsdurchführung nicht vermieden werden. Daher war es teilweise nur bedingt möglich, die Unterschiede, wie beispielsweise in der Streuung zwischen *T,v,U-* und *Int,v,U-Regelungsversuch* mithilfe der ermittelten Messgrößen zu erklären. Im Folgenden werden zur Bestätigung der Ergebnisse Verifizierungsversuche durchgeführt. Um eine erneute Beeinflussung durch variierende externe Faktoren zu vermeiden, werden diese unter Verwendung von nur einem Elektrodenpaar, mit der gleichen Pulvercharge und vom gleichen Maschinenbediener durchgeführt. Ziel ist es, die Verbesserungen durch die *Int,v,U-Regelung* im Vergleich zum ungeregelten Beschichtungsprozess zu bestätigen. Zusätzlich werden als Vergleich eine auf Spannungskompensation basierende Leistungsregelung und die *T,v,U-Regelung* zur Anwendung kommen.

### Ergebnisse des Verifizierungsversuches

Die Ergebnisse bezüglich der Beschichtungszielgrößen sind in Abbildung 6.28 dargestellt.



**Abb. 6.28:** Ergebnisse der Verifizierungsversuche: Beschichtungszielgrößen Schichtdicke, Schichtgewicht und Porosität für verschiedene Prozessregelungsansätze über der Versuchslaufzeit.

Für den unregulierten Versuch entsprechen die Schichtdicken und Schichtgewichte den Erwartungen aus Kapitel 6.1. Zunächst wurde ein steigender Verlauf festgestellt, bei dem die obere Toleranzgrenze von 10 % nach ungefähr 30 Stunden überschritten wird. Danach fallen beide

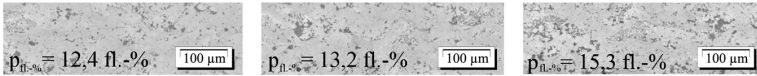


Größen um mehr als 20 % ab, bis die untere Toleranzgrenze unterschritten und damit der Versuch nach zwei aufeinanderfolgenden Schichtgewichtsunterschreitungen abgebrochen wird. Bei der *Int,v,U-Regelung* wurde nach 30 Stunden auch ein Anstieg des Schichtgewichtes und der Schichtdicke festgestellt. Dieser ist jedoch insbesondere beim Schichtgewicht wesentlich geringer ausgefallen, als im unregelmäßigen Versuch. Danach folgt für die Schichtdicke eine Erhöhung der Streuung, ohne jedoch einen fallenden Trend zu zeigen. Insgesamt sind insbesondere für das Schichtgewicht sehr konstante Werte festgestellt worden, welche keine Ausreißer über die Toleranzgrenzen zeigen. Bei der Leistungsregelung ist ein stark steigender Trend bei Schichtdicke und Schichtgewicht zu erkennen, welcher bereits nach 20 Stunden zu einer Überschreitung der oberen Toleranzgrenze führt und beim Schichtgewicht sogar den Bereich von +20 % überschreitet. Im weiteren Verlauf des Versuches sinken beide Größen langsam ab. Für die *T,v,U-Regelung* wurden insgesamt weniger Versuche durchgeführt. Trotzdem ist bezüglich der Schichtdicke ein ähnlicher Verlauf erkennbar, wie bei der *Int,v,U-Regelung*. Es zeigt sich jedoch ein stärker steigender Trend, welcher am Ende der Versuchslaufzeit zu einer Überkompensation der Schichtdicke ( $D > 300 \mu\text{m}$ ) führt. Beim Schichtgewicht wird im Gegensatz dazu bereits nach 25 Stunden die obere Toleranzgrenze überschritten und auch im Anschluss werden zu hohe Werte erreicht.

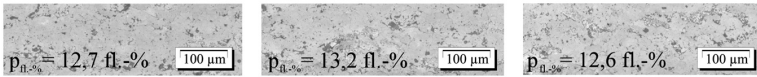
Für die Porosität sind im Vergleich zu den bisherigen Versuchen insgesamt geringere Schwankungen festgestellt worden. Im unregelmäßigen Versuch wurden in der ersten Hälfte der Versuchslaufzeit Schwankungen zwischen 11,1 % und 14,5 % ohne eindeutigen Trend festgestellt. In der zweiten Hälfte ist jedoch ein kontinuierlicher Anstieg feststellbar, wodurch bei 60 Stunden mit 16,3 % die obere Toleranz überschritten wird. Im Gegensatz dazu wurden bei der *Int,v,U-Regelung* geringere Schwankungen zwischen 11,5 % und 13,9 % mit leicht sinkendem Trend über die komplette Versuchslaufzeit ermittelt. Bei den anderen Regelungen fällt der Trend leicht stärker aus: Dabei sinkt die Porosität von

14,0 % auf 10,8 % für die *Leistungsregelung* und von 13,4 % auf 10,5 % für die *T,v,U-Regelung*. Dies zeigt sich auch anhand der Analyse der Mikrostruktur (Abbildung 6.29): Im *ungeregelten Versuch* (a) ist eine signifikante Erhöhung der Porosität ersichtlich, während diese bei der *Leistungsregelung* (c) und der *T,v,U-Regelung* (d) tendenziell sinkt. Bei der *Int,v,U-Regelung* (b) ist insgesamt die geringste Veränderung der Mikrostruktur festgestellt worden.

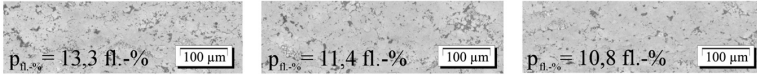
(a) Ohne Prozessregelung



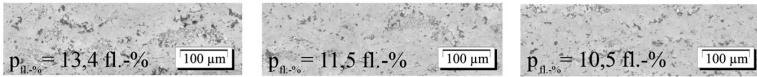
(b) Int.v,U-Regelung



(c) Leistungsregelung



(d) T,v,U-Regelung



Versuchsbeginn (0 - 10 h)

Versuchsmitte (30 - 40 h)

Versuchsende (55 - 65 h)

**Abb. 6.29:** Mikrostrukturen der erzeugten Schichten in den Verifizierungsversuchen zu Anfang, Mitte und Ende der Versuchslaufzeit: (a) *ohne Prozessregelung*, (b) *Int,v,U-Regelung*, (c) *Leistungsregelung* und (d) *T,v,U-Regelung*.

Zur Durchführung eines direkten Vergleiches wurden die Prozessfähigkeitskennwerte der Einzelversuche bezüglich der drei Beschichtungszielgrößen ermittelt und in Tabelle 6.13 dargestellt. Für die Berechnung wurden auch für die geregelten Versuche (b–d) die ersten fünf Messwerte des ungeregelten Versuches berücksichtigt, da eine Regelung zu diesem Zeitpunkt noch nicht erforderlich war. Dies ist gleichzeitig

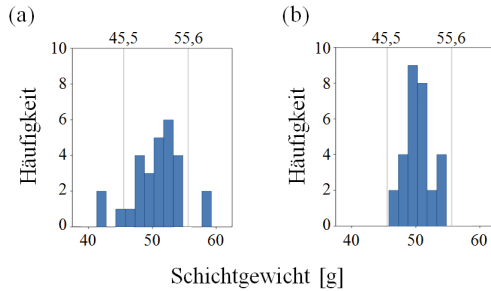
**Tab. 6.13:** Prozessstabilität  $c_{pk}$  und Spannweite R bezüglich der Beschichtungszielgrößen Schichtdicke, Schichtgewicht und Porosität in den Verifizierungsversuchen.

Prozessregelung	Schichtdicke		Schichtgewicht		Porosität	
	R [ $\mu\text{m}$ ]	$c_{pk}$	R [ $\mu\text{m}$ ]	$c_{pk}$	R [ $\mu\text{m}$ ]	$c_{pk}$
Ohne Prozessregelung	90	0,4	17,3	0,4	5,1	0,7
Int,v,U-Regelung	60	0,5	8,2	0,8	2,5	1,3
Leistungsregelung	65	0,4	13,5	0,4	4,1	0,7
T,v,U-Regelung	115	0,3	12,6	0,4	3,1	0,9

der Grund für die höhere Anzahl an Einzelmesswerten in der ersten Hälfte der Versuchslaufzeit in Abbildung 6.28.

Die Prozessfähigkeitsindizes zeigen ähnliche Trends, wie bei den ersten Langzeitbeschichtungsversuchen. Im Vergleich zum unregelmäßigen Versuch wurde durch die *Int,v,U-Regelung* die Stabilität bezüglich Schichtdicke, -gewicht und Porosität erhöht und somit bestätigt, dass eine verbesserte Prozessfähigkeit durch die Anwendung der Prozessregelung möglich ist. Dabei ist die Stabilisierung der Schichtdicke mit einer Spannweitenreduzierung von  $\Delta D = 30 \mu\text{m}$  (33 %) geringer ausgefallen, als beim Schichtgewicht mit  $\Delta G = 9,1 \text{ g}$  (53 %) und der Porosität mit  $\Delta p_{fl.-\%} = 2,6 \text{ fl.-%}$  (51 %). Die starken Unterschiede der Schichtgewichtsschwankungen sind beispielhaft anhand von Histogrammen für den *unregelmäßigen Versuch* und die *Int,v,U-Regelung* in Abbildung 6.30 dargestellt. Darin ist eine relativ starke Streuung mit einigen Ausreißern beim *unregelmäßigen Versuch* zu erkennen, während unter Anwendung der *Int,v,U-Regelung* bei einer sehr zentrierten Verteilung keine Ausreißer über die Toleranzgrenzen auftreten.

Für die *T,v,U-* und die *Leistungsregelung* sind insgesamt geringere Prozessfähigkeiten ermittelt worden. Dies bestätigt die bisherigen Untersuchungsergebnisse zu diesen beiden Regelungsarten.



**Abb. 6.30:** Histogramme zum Schichtgewicht in den Verifizierungsversuchen mit  $\pm 10\%$  Toleranzgrenzen: (a) *ohne Prozessregelung*, (b) *Int,v,U-Regelung*.

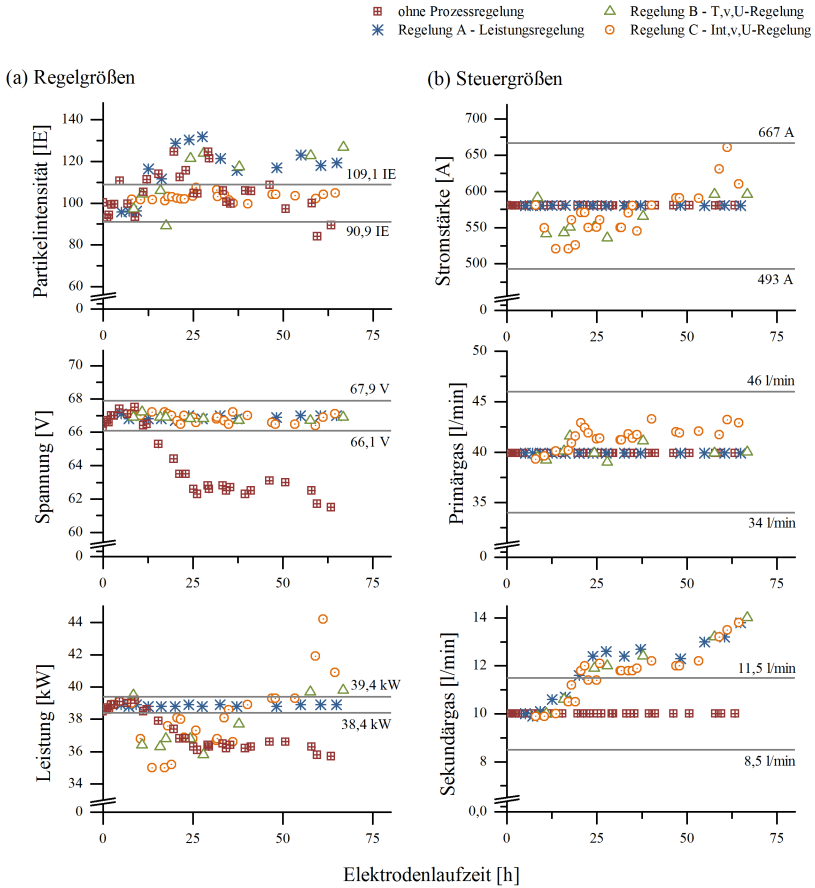
### Regelung des Prozesses

Die Vorgaben zur Regelgenauigkeit konnten unter Verwendung der Regressionsbeziehungen (Anhang I-5) bei allen drei Regelungsversuchen eingehalten werden. Als Zielwerte wurde der Durchschnitt der ersten fünf unregulierten Messwerte und als Regelgenauigkeit wie in den vorherigen Kapiteln die Vorgaben aus Kapitel 6.3.1 verwendet. Für die Leistungsregelung wurden die Anforderungen dabei aus der Regelgenauigkeit für die Spannung abgeleitet. In Tabelle 6.14 sind die verwendeten Steuergrößen, Regelgrößen und Regelgenauigkeiten für die drei Teilversuche zusammengefasst.

**Tab. 6.14:** Steuer- und Regelgrößen im Verifizierungsversuch mit Angabe der Regelgrößenzielwerte und -genauigkeiten: (x) verwendet, (-) nicht verwendet.

Regelungs- ansatz	Steuergrößen			Regelgröße / -bereich				
	I	PG	SG	T [°C]	Int [IE]	v [ $\frac{m}{s}$ ]	U [V]	P [kW]
Leistungs- regelung	-	-	x	-	-	-	-	38,9 $\pm 0,5$
T,v,U- Regelung	x	x	x	2660 $\pm 44,1$	-	227 $\pm 2,1$	67 $\pm 0,9$	-
Int,v,U- Regelung	x	x	x	-	100 $\pm 9,1$	227 $\pm 2,1$	67 $\pm 0,9$	-

Die Messergebnisse zu den Regelgrößen in den drei Versuchen sind auszugsweise in Abbildung 6.31 dargestellt (vgl. Anhang I-6).



**Abb. 6.31:** Verlauf der (a) Regel- und (b) Steuergrößen in den Verifizierungsversuchen (Auszug).

Im unregulierten Beschichtungsprozess erhöhen sich zunächst Partikelintensität um ungefähr  $\Delta \text{Int} = 25 \text{ IE}$  (25 %), Partikelgeschwindigkeit um bis zu  $\Delta v = 20 \frac{\text{m}}{\text{s}}$  (10 %) und Partikeltemperatur um bis zu  $\Delta T = 50^\circ \text{C}$  (1,9 %). Danach sinken die Messgrößen kontinuierlich ab,

bis sie die untere Toleranzgrenze unterschreiten. Für die Spannung und damit die Bruttoleistung wurde ein ähnlicher Verlauf ermittelt. Dabei ist jedoch innerhalb der ersten 25 Versuchsstunden ein wesentlich stärkerer Spannungsabfall zu erkennen ( $\Delta U = 5 \text{ V}$ ), als zwischen 25 und 75 Versuchsstunden ( $\Delta U = 1 \text{ V}$ ). Insgesamt fällt die Bruttoleistung dabei vom Startwert  $P_{\text{Start}} = 38,9 \text{ kW}$ , der sich zu Beginn des Versuches durch den verwendeten Parametersatz ergibt, auf  $P = 35,7 \text{ kW}$  ab.

Im Gegensatz zu diesen relativ starken Veränderungen konnten die Regelungsvorgaben unter Verwendung der *Int,v,U-Regelung* innerhalb der vorgegebenen Genauigkeit gehalten werden. Dabei wurde auch die Partikeltemperatur indirekt beeinflusst und es ist nur ein leichter Abfall innerhalb des Toleranzbereiches zu beobachten, obwohl diese Messgröße nicht direkt gesteuert wurde. Die Bruttoleistung ist bei diesem Versuch durch die Regelung zunächst von  $P_{\text{Start}}$  auf  $P = 35,0 \text{ kW}$  abgesenkt und dann kontinuierlich auf bis zu  $P = 44,2 \text{ kW}$  gesteigert worden. Bei der *T,v,U-Regelung* wurde bezüglich Partikeltemperatur, -geschwindigkeit, Spannung und auch Leistung grundsätzlich ein ähnlicher Regelgrößenverlauf im Vergleich zur *Int,v,U-Regelung* ermittelt. Allerdings erhöht sich die Partikelintensität nach 20 Stunden weit über die obere Toleranzgrenze.

Bei der Leistungsregelung wurde das Regelfenster durch Wasserstoffvolumenstromerhöhung konstant eingehalten. Trotzdem ist bei der Partikelintensität eine starke Erhöhung um mehr als 25 % aufgetreten und auch die Partikeltemperatur und -geschwindigkeit überschreiten zunächst die obere und dann die untere Toleranzgrenze.

Die Steuergrößenanpassungen, die zur Einhaltung der Regelungsvorgaben erforderlich waren, sind in Abbildung 6.31b dargestellt. Anhand der Veränderungen kann direkt verglichen werden, welche Steuergrößenveränderungen die Prozessregelungen bewirkt haben: Bei der *Leistungs-*, *Int,v,U-* und *T,v,U-Regelung* ist anhand der Wasserstoffenergieerhöhung die Kompensation des Spannungsabfalls erkennbar. Außerdem erfolgt bei der *Int,v,U-* und der *T,v,U-Regelung* ein Ausgleich unter

Verwendung der Stromstärke, welche in der ersten Hälfte der Versuchslaufzeit reduziert und am Ende tendenziell erhöht wird. Zusätzlich erfolgt bei der *Int,v,U-Regelung* eine leichte Erhöhung des Primärgases. Wie bereits im ersten *Int,v,U-Regelungsversuch* ist auch in diesem Versuch das vorgesehene Wasserstoffniveau überschritten worden. Dabei ist jedoch die stark erhöhte Versuchslaufzeit von knapp 70 Stunden zu berücksichtigen.

### Interpretation der Verifizierungsversuche

Die Beschichtungszielgrößen konnten durch die *Int,v,U-Regelung* im Vergleich zum unregulierten Beschichtungsversuch erwartungsgemäß stabilisiert werden. Da die Versuche sequenziell und mit denselben Elektroden durchgeführt wurden, können die Regelungsmechanismen erstmals direkt miteinander verglichen und analysiert werden: Anhand der Steuer- und Regelgrößenverläufe ist gut zu erkennen, wie der Anstieg bei Partikelintensität im unregulierten Versuch durch Kombination aus Stromstärkenreduktion und Primärgaserhöhung bei der *Int,v,U-Regelung* kompensiert wird. Dadurch wird jedoch auch ein Abfall der Leistung auf  $P = 35,0 \text{ kW}$  hervorgerufen, welcher zusammen mit dem Anstieg auf  $P = 44,2 \text{ kW}$  am Ende zu einer Variation der Bruttoleistung von 23,7 % führt. Dabei ist zu beachten, dass ein großer Anteil der Bruttoleistung zusätzlich als Kühlleistung abgezogen werden muss und aus diesem Grund eine noch höhere relative Nettoleistungsvariation auftritt. Trotz dieser Veränderungen sind mithilfe der *Int,v,U-Regelung* die stabilsten Beschichtungsergebnisse bei den Verifizierungsversuchen generiert worden.

Bei allen drei Regelungen war insgesamt eine starke Sekundärgaserhöhung zur Kompensation des Spannungsabfalls erforderlich. Dabei wurde diese Steuergröße um mehr als die vorgesehenen 15 % angehoben. Der Wasserstoffanteil im Plasmagas wurde jedoch trotzdem auf maximal 26 % erhöht, weil das Primärgas gleichzeitig nicht gesenkt worden

ist. Im Vergleich zu den bisherigen Versuchen ist trotz der Erhöhung eine verlängerte Laufzeit der Elektroden realisiert worden.

Im Gegensatz zur ersten Anwendung der *Int,v,U-Regelung* in Kapitel 6.4.2 ist die Porosität im *Int,v,U-Verifizierungsversuch* tendenziell gesunken und nicht gestiegen. Dieser Effekt könnte teilweise auf den stark unterschiedlichen Leistungsverlauf zurückzuführen sein, der beim Verifizierungsversuch zum Ende stark gestiegen und nicht abgesunken ist.

Unter Anwendung der *Leistungsregelung* konnte im Vergleich zur *Int,v,U-Regelung* keine weitere Stabilisierung der Beschichtungsergebnisse bewirkt werden. Die Auswertungen zeigen hingegen eine deutliche Verschlechterung der Prozessfähigkeit auf das Niveau des unregulierten Prozesses. Die *Leistungsregelung* hat bei Schichtdicke und Schichtgewicht einen steigenden und bei der Porosität, mit der Ausnahme des Ausreißers bei 61 Stunden, einen fallenden Trend bewirkt. Wie bereits diskutiert, führt eine konstante Bruttoleistung bei dieser Anlagenkonfiguration daher nicht zu stabilisierten Beschichtungsergebnissen. Dabei muss jedoch ein Aspekt berücksichtigt werden: Da die Nettoleistung messtechnikbedingt nicht in Echtzeit ermittelt werden konnte, ist bei der *Leistungsregelung* die Bruttoleistung verwendet worden, wodurch sich die Aussagen nicht mit absoluter Sicherheit auf die Nettoleistung übertragen lassen. Aufgrund der starken Leistungsvariation bei der *Int,v,U-Regelung* und der in Kapitel 6.1 festgestellten, auch bei variierender Bruttoleistung konstanten Kühlleistung über die Elektrodenlaufzeit, ist jedoch davon auszugehen, dass die bisherigen Analysen sich weitestgehend auf die Nettoleistung übertragen lassen. Dies wird sich in Kapitel 6.6 bestätigen, in der eine Analyse der Beschichtungsergebnisse in Abhängigkeit von Netto- und Bruttoleistung durchgeführt wird.

Bei der *T,v,U-Regelung* wurden bis auf die Partikelintensität nahezu identische Regelgrößenwerte wie bei der *Int,v,U-Regelung* erreicht. Die Differenz bei dieser Regelgröße hat jedoch einen stark steigenden Trend



für Schichtdicke und Schichtgewicht bewirkt. Die Hauptursache dafür liegt im geringeren Primärgas, weil dessen Erhöhung bei der *Int,v,U-Regelung* eine Reduktion der Partikelintensität bewirkt hat. Damit ist eine Senkung von Schichtdicke und Schichtgewicht sowie ein reduzierter Abfall der Porosität realisiert worden. Hier zeigt sich ein weiterer wichtiger Unterschied zwischen der *Int,v,U-* und der *T,v,U-Regelung*: Bei der Regelung der Partikelintensität wird in vielen Fällen gleichzeitig indirekt die Partikeltemperatur in den vorgesehenen Regelungsbereich gesteuert (vgl. Kapitel 6.2.2). Diese Anpassung wird durch die *T,v,U-Regelung* bezüglich der Partikelintensität nicht erreicht. Aus diesem Grund wurden durch die *T,v,U-Regelung* zu hohe Schichtgewichte und Schichtdicken in den Verifizierungsversuchen bewirkt. Im Vergleich zum ersten *T,v,U-Regelungsversuch* (Kapitel 6.4.1) ist die Porosität im *T,v,U-Verifizierungsversuch* kontinuierlich gesunken und nicht gestiegen. Dies zeigt noch einmal, dass die Partikeltemperatur nur bedingt als alleiniger Indikator für die Porosität verwendet werden kann.

In der Gesamtbetrachtung zeigt die Prozessfähigkeitsanalyse der Verifizierungsversuche im Vergleich zur Analyse der ersten Regelungsversuche in Kapitel 6.4.3 die gleichen Trends. Es wurde jedoch sowohl für den ungeregelten Versuch als auch für die *Int,v,U-Regelung* eine wesentlich geringere Fähigkeit der Prozesse bezüglich Schichtdicke und Schichtgewicht festgestellt. Des Weiteren ist eine erhöhte Anzahl an Ausreißern beim Schichtdicke–Schichtgewicht–Verhältnis festgestellt worden. Dies könnte verschiedene Ursachen haben: Zum einen haben prozessbedingte Schwankungen aufgrund des geringeren Schichtauftrags durch die Platten- und nicht Schaufelbeschichtung einen größeren Einfluss auf die Beschichtungsergebnisse. Zum anderen könnten jedoch auch Schwankungen aufgrund der Elektrodenqualität und damit verbundene Effekte zu niedrigeren Prozessfähigkeiten führen. Dies würde auch die Unterschiede bei der Variation der Steuergrößen erklären, welche teilweise von den durchgeführten Veränderungen bei den ersten Prozessregelungsversuchen abweichen. Gegen diese Theorie spre-

chen jedoch die geringen Porositätsschwankungen über die Elektrodenlaufzeit, welche trotz eines Spannungsabfalls auf unter  $U = 60\text{ V}$  auftreten. Dieser Effekt lässt sich nur durch eine relativ geringe Elektrodenerosion erklären. Dies wird durch die Elektrodenlaufzeit von fast 70 Stunden bestätigt. Beim *Verifizierungsversuch* musste aufgrund der erhöhten Elektrodenlaufzeit auf die Elektrodenverschleißmethodik (vgl. Kapitel 5.3.2) zurückgegriffen werden, da nur eine begrenzte Versuchszeit zur Verfügung stand. Das Verfahren wurde ab 50 Versuchsstunden durchgeführt. Ab diesem Zeitpunkt ist insgesamt eine erhöhte Streuung der Messergebnisse aufgetreten. Somit könnten sie teilweise auf diese Methodik zurückzuführen sein.

Insgesamt konnten die bisherigen Ergebnisse der *Int,v,U-Regelung* durch die *Verifizierungsversuche* bestätigt werden. Wie bei den ersten Regelungsversuchen wurden die Beschichtungsergebnisse bezüglich mehrerer Zielgrößen stabilisiert, auch wenn einzelne Abweichungen gegenüber den ersten Versuchen aufgetreten sind. Trotz der Komplexität der gleichzeitig durchgeführten Regelungsversuche konnte zudem eine längere Elektrodenlaufzeit realisiert werden. Unter Verwendung der Leistungsregelung wurden demgegenüber jedoch keine verbesserten Beschichtungsergebnisse erzeugt.

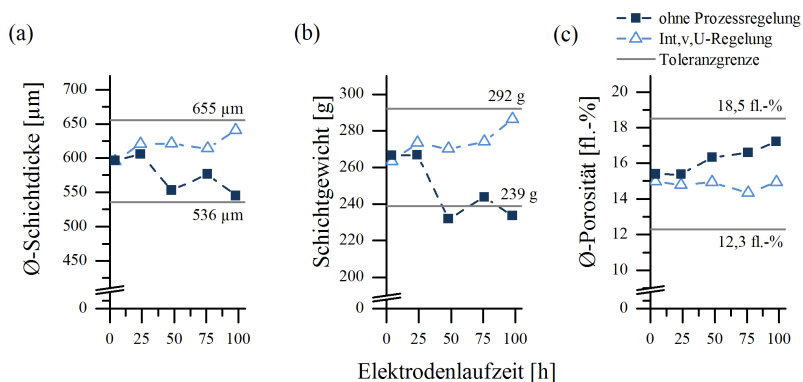
## 6.6 Übertragung des Regelungsansatzes auf einen alternativen Plasmaspritzprozess

In den bisherigen Versuchen wurde ein spezifischer Beschichtungsprozess mit charakteristischen Eigenschaften verwendet. Im Folgenden sollen die gewonnenen Erkenntnisse verallgemeinert und auf einen alternativen Beschichtungsprozess übertragen werden. Damit wird die Anwendbarkeit der Prozessregelung auf einen alternativen Beschichtungsprozess überprüft. Außerdem werden erstmals Schichtdicke und Porosität in verschiedenen Bereichen der Turbinenschaufel über die Elek-

trodenlaufzeit miteinander verglichen. Dazu werden Leitschaufeln der zweiten Turbinenstufe verwendet. Als Beschichtungsprozess kommt ein alternativer atmosphärischer Plasmaspritzprozess mit einer veränderten Anlagenkonfiguration zur Anwendung, um auf Basis der Ergebnisse möglichst allgemeine Aussagen treffen zu können. Trotz der Änderungen handelt es sich um einen grundsätzlich ähnlichen Plasmaspritzprozess. Damit ist sichergestellt, dass die ermittelten Steuer- und Regelgrößen verwendet werden können und nicht ein komplett neues Verfahren zur Regelung entwickelt werden muss.

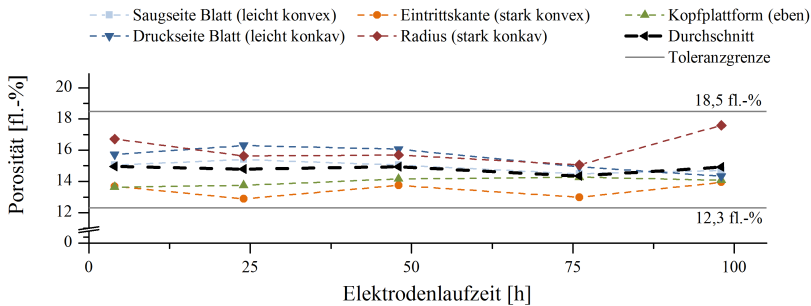
### Ergebnisse des Regelungsversuches

Durch die Auswertung in verschiedenen Schaufelbereichen ist bei diesem Versuch eine sehr detaillierte Analyse möglich. Die Einzelergebnisse (vgl. Anhang I-7) weisen grundsätzlich eine ähnlich hohe Streuung auf wie bei den bisherigen Versuchen. Daher werden hauptsächlich die berechneten Mittelwerte interpretiert (Abbildung 6.32).



**Abb. 6.32:** Beschichtungsergebnisse im unregulierten und geregelten Langzeitbeschichtungsversuch unter Anwendung des alternativen atmosphärischen Plasmaspritzprozesses: (a) Schichtdicke, (b) Schichtgewicht und (c) Porosität.

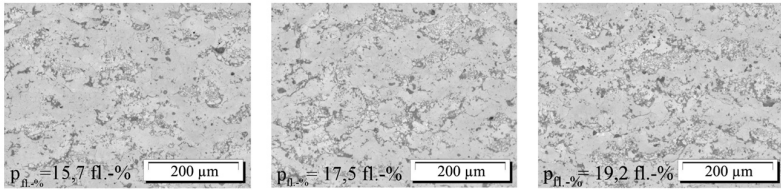
Im unregelmäßigen Beschichtungsversuch ergibt der Durchschnitt der Schichtdicke wie in den bisherigen Versuchen zunächst eine leichte Erhöhung und dann einen klar sinkenden Trend über die Elektrodenlaufzeit. Dabei treten jedoch starke Schwankungen in den verschiedenen Bereichen der Schaufel auf. Dies führt dazu, dass trotz der insgesamt tolerierbaren Schichtdickenreduktion die untere relative Toleranzgrenze von  $-10\%$  ( $D = 536\text{ }\mu\text{m}$ ) teilweise in einzelnen Bereichen der Schaufel unterschritten wird (vgl. Anhang I-7). Auch beim Schichtgewicht wurde ein fallender Trend ermittelt. Dabei ist bereits beim dritten Versuch nach ungefähr 50 Stunden eine starke Reduktion des Schichtgewichts festgestellt und die Toleranzgrenze unterschritten worden. Die Porosität stieg über die Elektrodenlaufzeit durchschnittlich um  $1,8\text{ fl.}\%$ , wobei auch bei dieser Messgröße die Erhöhung in einzelnen Bereichen der Schaufel wesentlich stärker ausfällt und teilweise die Toleranzgrenzen überschreitet. Die Schwankungen der Messgrößen sind beispielhaft anhand der Porosität in Abbildung 6.33 dargestellt.



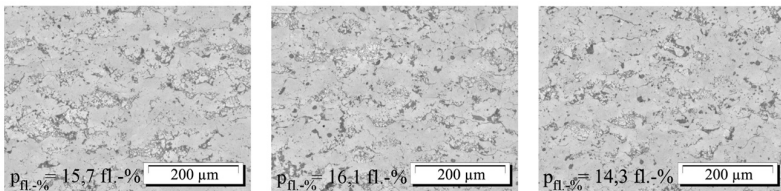
**Abb. 6.33:** Porosität in unterschiedlichen Bereichen der Turbinenschaufel über der Elektrodenlaufzeit unter Anwendung der *Int,v,U-Regelung*.

Die Grafik zeigt je nach Bereich der Schaufel sehr unterschiedliche Porositätsmesswerte. Der grundsätzliche Trend wird auch in Abbildung 6.34 anhand der Mikrostrukturveränderung an der Druckseite der Schaufel deutlich.

## (a) Ohne Prozessregelung



## (b) Int.v,U-Regelung



**Abb. 6.34:** Veränderung der Mikrostruktur an der Druckseite im Blatt über der Versuchslaufzeit nach 4, 50 und 98 Stunden: (a) *ohne Prozessregelung* und (b) *Int,v,U-Prozessregelung*.

Es ist eine Porositätserhöhung von bis zu  $\Delta p = 3,5 \text{ fl.-%}$  im ungeregelten Prozess zu beobachten, während diese bei der *Int,v,U-Regelung* mit einer Schwankung von  $\Delta p = 1,8 \text{ fl.-%}$  im Bereich der Messgenauigkeit liegt. Auch die anderen Beschichtungsergebnisse konnten mit der *Int,v,U-Regelung* insgesamt stabilisiert werden. Beim Schichtgewicht und der durchschnittlichen Schichtdicke ist nur noch ein leicht positiver Anstieg innerhalb der Toleranzgrenzen um bis zu 7,4 % bzw. 7,6 % zu beobachten und bei der Porosität liegt der absolute Wert der Schwankung mit  $\Delta p = 0,6 \text{ fl.-%}$  bei unter 5 %.

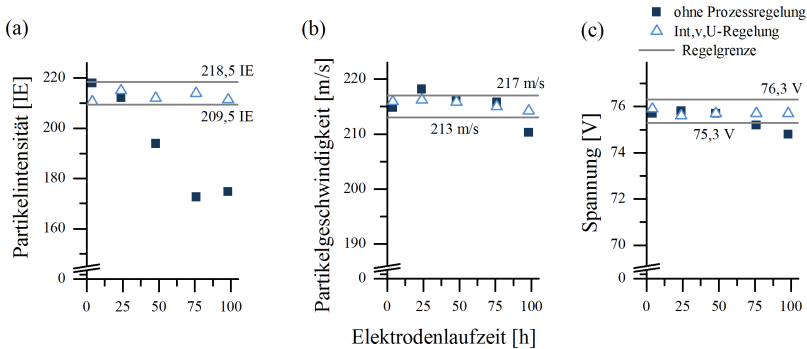
### Regelung des Prozesses

Auf Basis der bisherigen Ergebnisse und der geringen Schwankungen der Messgrößen (vgl. Kapitel 6.3.1) wurden für diesen Versuch strengere Toleranzgrenzen für die Regelgrößen festgelegt, indem das vorgegebene Prozessfenster halbiert wurde. Ziel war es dabei die Beschichtungser-

gebnisse nochmals zu verbessern. Damit lagen die Zielwerte und Genauigkeiten der Regelgrößen bei folgenden Werten:

- Partikelintensität:  $214 \pm 4,5$  IE
- Partikelgeschwindigkeit:  $215 \pm 2,0 \frac{m}{s}$
- Spannung:  $75,8 \pm 0,5$  V

Im ungeregelten Beschichtungsversuch beschreiben die drei Regelgrößen einen fallenden Verlauf und unterschreiten die untere Toleranzgrenze teilweise bereits nach der Hälfte der Versuchslaufzeit (Abbildung 6.35).



**Abb. 6.35:** Verlauf der Regelgrößen im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung und unter Anwendung der *Int,v,U-Regelung*.

Bei der Partikelintensität wurde dabei der größte Messgrößenabfall festgestellt. Diese beträgt insgesamt  $\Delta \text{Int} = 36$  IE (17%). Durch die *Int,v,U-Regelung* können hingegen auch die verkleinerten Prozessfenster eingehalten werden. Dabei wurden die Steuergrößenvorgaben nicht überschritten, da nur eine kontinuierliche Erhöhung des Sekundärgases und Senkung des Primärgases innerhalb der 15 %-Toleranzgrenze notwendig war, um die Regelungsvorgaben mithilfe der Regressionsbeziehungen zu erfüllen (Anhang I-8, 9 und 10).

### Interpretation der Ergebnisse

Durch die Untersuchung der Beschichtung in verschiedenen Bereichen der Turbinenschaufel können Einzelergebnisse analysiert werden, die prozessbedingte Schwankungen aufweisen und zusätzlich durch weitere Faktoren beeinflusst werden. Dazu gehören beispielsweise die Genauigkeit der Bauteilhalterung oder des Roboters bei der Bewegung des Plasmabrenners. Daher sind grundsätzlich größere Schwankungen beispielsweise bei der Schichtdicke zu erwarten. Ein weiterer Nachteil liegt darin, dass aufgrund der geringen Anzahl an Einzelversuchen keine Prozessfähigkeit ermittelt werden kann. Aufgrund der fertigungsähnlichen Versuchsdurchführung sind die Beschichtungsergebnisse jedoch direkt auf die Serienfertigung übertragbar.

Die Ergebnisse des ungeregelten Beschichtungsversuches entsprechen insgesamt den in den vorherigen Versuchen ermittelten Verläufen bezüglich Schichtdicke, Schichtgewicht und Porosität. Die Erhöhung der Porosität fällt dabei ungefähr genauso stark aus, wie beim ungeregelten Verifizierungsversuch in Kapitel 6.5. Unter Verwendung der *Int,v,U-Regelung* konnten diese Trends stark reduziert werden. Die positiven Ergebnisse werden durch die Mikrostrukturauswertungen unterstützt, da statt eines steigenden Trends, wie beim ungeregelten Beschichtungsversuch, nur eine leichte Reduktion der Porosität über die Versuchslaufzeit zu erkennen ist.

Bei der Regelung war insbesondere am Ende der Versuchslaufzeit eine Steigerung des sekundären Plasmagases zur Kompensation des Spannungsabfalls erforderlich. Dies hat beim letzten Teilversuch einen Anstieg der Schichtdicke und des Schichtgewichts bewirkt. Eine mögliche Erklärung ist die zunehmende Schwankung der Spannung durch fortschreitende Erosion der Elektroden über die Versuchslaufzeit: Wenn aufgrund dieser Schwankungen ein nicht repräsentativer Messwert für die Spannung ermittelt wird, kann dies zu einer überhöhten Kompensation mithilfe der Steuergrößen und damit zu Abweichungen führen. Trotz dieser „Überkompensation“ liegen die Messwerte von Schichtdicke

und Schichtgewicht jedoch innerhalb der Toleranzgrenzen. Dies kann als erfolgreiches Beispiel dafür interpretiert werden, dass die Regelung auch bei langen Elektrodenlaufzeiten funktioniert. Trotzdem wird die Regelung mit zunehmender Versuchslaufzeit durch die steigenden Schwankungen erschwert.

Der große Vorteil der Konfiguration bei diesem Versuch liegt in der Möglichkeit, die Schichtdicke und Porosität in bestimmten Bereichen der Schaufel einzeln zu analysieren. In Tabelle 6.15 sind die durchschnittlichen Messwerte über die kompletten unregelmäßigen und geregelten Teilversuche dargestellt. Die Ergebnisse weisen starke Unterschiede zwischen den Schaufelbereichen auf, welche teilweise stärker ausfallen, als die verschleißbedingten Veränderungen über die Elektrodenlaufzeit. Bei der Interpretation der Schichtdicken ist Vorsicht geboten, weil die Unterschiede zwischen konkaven und konvexen Bereichen auch auf eine unterschiedliche Anzahl an Überfahrten des Plasmaprenners zurückzuführen sein können und daher nur bedingt als Indikator für Ergebnisvariationen geeignet sind. Die starken Unterschiede bei den Standardabweichungen sind hingegen hauptsächlich auf die geometrischen Formen zurückzuführen und zeigen, dass die Spannweite der Messwerte bei komplexen Geometrien wie der Eintrittskante ( $R = 42,6 \mu\text{m}$ ) oder dem Radius ( $R = 56,8 \mu\text{m}$ ) wesentlich höher ausfallen, als an relativ ebenen Flächen im Blatt an der Saug- ( $R = 29,9 \mu\text{m}$ ) oder Druckseite ( $R = 33,3 \mu\text{m}$ ). Der relativ hohe Wert für die ebene Fläche ( $R = 40,0 \mu\text{m}$ ) erklärt sich damit, dass dieser Messwert am ebenen, plattformseitigen Ende des aufgeschweißten Radius-Plättchens ermittelt wurde und damit höhere Schwankungen aufweist. Auch bei der Porosität sind starke Unterschiede zwischen den verschiedenen Bereichen der Turbinenschaufel feststellbar. Im konkaven Bereich liegt die durchschnittliche Porosität bei  $p_{\text{fl.}}-\% = 16,5 \text{ fl.}\%$  und im konvexen Bereich mit  $p_{\text{fl.}}-\% = 14,7 \text{ fl.}\%$  durchschnittlich um  $1,8 \text{ fl.}\%$  niedriger. Das entspricht der verschleißbedingten Erhöhung beim unregelmäßigen Beschichtungsversuch über die komplette Versuchs-



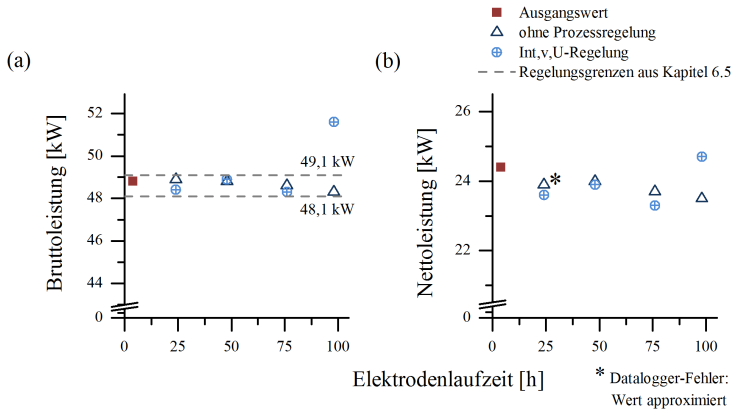
**Tab. 6.15:** Schichtdicke und Porosität in unterschiedlichen Bereichen der Turbinenschaufel: Mittelwert der Messwerte unabhängig von der Prozessregelung.

geometrische Form	leicht konvex	stark konvex	ebene Fläche	leicht konkav	stark konkav
Messbereich	Saugseite Blatt	Eintritts- kante	Kopfplatt- form	Druckseite Blatt	Radius
Schichtdicke [ $\mu\text{m}$ ]	559	617	603	565	546
Std.-abw. s [ $\mu\text{m}$ ]	29,9	42,6	40	33,3	56,8
Porosität [fl.-%]	15,5	14,0	14,9	16,3	16,7
Std.-abw. s [fl.-%]	0,8	0,8	1,6	1,4	1,2

laufzeit. Dies könnte beispielsweise auf geometriebedingte Ablenkungen und Verwirbelungen der Partikel beim Auftreffen auf dem Substrat zurückzuführen sein, die verstärkt in konkaven Bereichen, insbesondere im Radius, auftreten.

Zum Abschluss der Diskussion zur Leistungsregelung (vgl. Kapitel 6.5) ist in Abbildung 6.36 die Brutto- und Nettoleistung über der Versuchslaufzeit dargestellt. Darin ist ersichtlich, dass wie auf Grundlage der Ergebnisse aus Kapitel 6.1 vermutet, die Brutto- und auch die Nettoleistung im unregelmäßigen Langzeitbeschichtungsversuch auf relativ konstantem Niveau über die komplette Elektrodenlaufzeit verbleiben und nur leicht sinken.

Die Bruttoleistungswerte liegen auch ohne explizite Regelung, bis auf einen Ausreißer, komplett innerhalb des in Kapitel 6.5 verwendeten Regelungsfensters. Und auch die Nettoleistung ist insgesamt nur um maximal  $\Delta P = 1,1 \text{ kW}$  (4,5 %) zurückgegangen. Gleichzeitig liegt der Anteil der Netto- an der Bruttoleistung für alle 10 Einzelversuche auf einem konstanten Niveau zwischen 47,9 % und 50,0 %. Aus diesem Grund wäre eine *Leistungsregelung* in diesem Versuch wegen der geringen Schwankungen in nur sehr begrenztem Ausmaß zum Einsatz gekommen. Damit werden die Ergebnisse aus Kapitel 6.5 bekräftigt, in denen festgestellt wurde, dass Brutto- und Nettoleistung nur bedingt



**Abb. 6.36:** Verlauf von (a) Brutto- und (b) Nettoleistung über der Elektrodenlaufzeit.

als Regelgrößen geeignet sind, um die Beschichtungsstabilität signifikant zu verbessern.

Insgesamt wurde auch für den alternativen Beschichtungsprozess und bei der Analyse der Schichtdicke und Porosität in verschiedenen Schaukelbereichen die Anwendbarkeit der *Int,v,U-Regelung* bestätigt, da wie bei den vorherigen Versuchen eine Stabilisierung der Beschichtungsergebnisse bewirkt wurde.

## 6.7 Diskussion und Bewertung der entwickelten Prozessregelung

Die Prozessregelung auf Basis der Regelgrößen Partikelintensität, -geschwindigkeit und Spannung ist in den vorherigen Kapiteln unter Verwendung verschiedener Versuchsanordnungen ausführlich analysiert worden. Bei fast allen Versuchen wurde eine starke Verbesserungen der Prozessstabilität bezüglich der Beschichtungszielgrößen ermittelt. Die Erhöhung der Stabilität wurde jedoch nicht für alle Zielgrößen

in gleichem Maße realisiert. Während beim Schichtgewicht die Prozessfähigkeitsindizes teilweise verdoppelt wurden, ist die Variation der Schichtdicke insgesamt weit weniger reduziert worden. Dies ist zum einen auf die Veränderung der Mikrostruktur zurückzuführen, da die erhöhte Porosität beim *ungeregelten Beschichtungsprozess* und fallender Spritzeffizienz dem schichtgewichtinduzierten Abwärtstrends entgegenwirkt (vgl. Abbildung 6.1a). Gleichzeitig wird jedoch aufgrund des leicht steigenden Trends der Spritzeffizienz bei der *Int,v,U-Regelung* die Schichtdicke durch die Porositätssteigerung zusätzlich erhöht. Ein weiterer Grund für die geringere Verbesserung bei der Schichtdicke ist die Messmethodik, da die Messgröße stichprobenartig an bestimmten Positionen ermittelt wird und daher stärker auf singuläre Schwankungen reagiert. Sie verfügt damit nicht über einen normalisierenden Effekt, der beim Schichtgewicht durch Ermittlung der Messgröße über das komplette Bauteil auftritt. Die Prozessfähigkeit bezüglich der Porosität konnte durch Reduktion des Trends insgesamt verbessert werden. Die Prozessregelung hat darüber hinaus auch bei der Anwendung auf einen alternativen Beschichtungsprozess und die komplexe Schaufelgeometrie die Schwankungen der Zielgrößen verringert. Damit wurden in allen Versuchen die Schwankungen der Beschichtungszielgrößen reduziert und eine Stabilisierung des Prozesses herbeigeführt.

Die Ergebnisse bei der Übertragung auf den alternativen atmosphärischen Plasmaspritzprozess haben gezeigt, dass die Regelung unabhängig von der Art und Qualität der Elektroden verwendet werden kann. Dies ist unter anderem auf die für jede individuelle Elektrodenkonfiguration durchgeführten Grundlagenversuche zur Ermittlung der Zusammenhänge zwischen Steuer- und Regelgrößen zurückzuführen. Die Aussage lässt sich auch anhand der Ergebnisse in Tabelle 6.16 verifizieren. Darin sind die verwendeten Regressionskoeffizienten zur Regelung des untersuchten Standardbeschichtungsprozesses (A: Kapitel 6.4.2 und B: Kapitel 6.5) und des alternativen Beschichtungsprozesses (C: Kapitel 6.6) dargestellt.

**Tab. 6.16:** Regressionszusammenhänge des untersuchten Standardprozesses (A, B) und alternativen Beschichtungsprozesses (C).

Systemgröße	A			B			C		
	Int [%]	v [%]	U [%]	Int [%]	v [%]	U [%]	Int [%]	v [%]	U [%]
Stromstärke [%]	1,5	0,6	-0,2	1,2	0,4	-0,2	1,6	0,6	-0,1
Primärgas [%]	-2,3	0,1	0,2	-2,4	0,1	0,2	-2,2	0,4	0,2
Sekundärgas [%]	0,6	0,1	0,3	0,8	0,1	0,3	0,6	0,1	0,3

Die Regressionskoeffizienten weisen teilweise starke Unterschiede auf: Die Analyse der relativen Koeffizientenabweichungen der verschiedenen Versuche ergibt einen Durchschnitt von 18,9 % zwischen den beiden Versuchen mit dem Standardbeschichtungsprozess (A und B), während die Differenz zum alternativen Beschichtungsprozess (C) mit 23,3 % (A–C) und 37,2 % (B–C) höher ausfällt. Daraus lässt sich ableiten, dass Unterschiede in den Regressionsbeziehungen zwischen den verschiedenen Versuchen unter anderem aufgrund von Elektrodenvariationen bestehen. Diese scheinen jedoch für gleichartige Prozesse (A und B) geringer auszufallen, als im Vergleich zu einem veränderten Prozess (C). Trotz dieser Unterschiede wurden für alle Regressionsbeziehungen in den drei Versuchen die gleichen Vorzeichen ermittelt. Dies zeigt, dass die Regelung insgesamt die gleichen Zusammenhänge, jedoch in einer unterschiedlichen Ausprägung aufweist.

Der atmosphärische Plasmaspritzprozess ist unter Anwendung der Regelung weiterhin durch Prozessvariationen gekennzeichnet. Der elektrodenverschleißinduzierte Trend zu höherer Porosität bei gleichzeitig fallender Spritzeffizienz (Schichtdicke und -gewicht) konnte grundsätzlich reduziert und teilweise vollständig kompensiert werden. Trotzdem lassen sich Ausreißer in den Beschichtungsergebnissen nicht vermeiden. Eine Verfeinerung der Prozessregelung durch Erhöhung der Regelgenauigkeit und damit genauer spezifizierten Spritzstrahleigenschaften könnte die Beschichtungsergebnisse jedoch verbessern. Ein weiterer offener Punkt ist die Wirkung der Parameterveränderung, insbesondere

die Erhöhung des Wasserstoffanteils im Plasmagas. In den Versuchen wurde keine Reduktion der Elektrodenlaufzeit festgestellt, sondern teilweise eine Erhöhung im Verifizierungsversuch. Grundsätzlich gibt es dabei zwei gegenläufige Trends: Zum einen reduziert sich die Elektrodenlaufzeit durch den höheren Wasserstoffanteil und die damit einhergehende stärkere Belastung der Elektroden (Kapitel 2.3.3). Zum anderen wird dieser Elektrodenverschleiß jedoch durch die Regelung kompensiert. Dies führt zu einer verlängerten Einsetzbarkeit der Elektroden. Welcher der beiden Trends sich insgesamt stärker auswirkt, kann nur durch langfristige Anwendung der Prozessregelung in einer Vielzahl an Versuchen oder in der Produktion in Erfahrung gebracht werden, da eine Langzeitbetrachtung über viele Elektrodenlaufzeiten erforderlich ist. Wenn sich dabei insgesamt längere Elektrodenlaufzeiten realisieren lassen, werden diese jedoch wahrscheinlich zum Ende der Elektrodenlaufzeit von stärker werdenden Prozessschwankungen begleitet (vgl. Kapitel 6.6). Neben einer möglichen Veränderung der Elektrodenlaufzeit besteht eine weitere Unsicherheit bezüglich der Auswirkungen der Parameteränderung auf das Langzeitverhalten der Beschichtung in der Turbine.

Aufgrund der erfolgreichen Anwendung der Prozessregelung stellt sich die Frage, warum mit der *Int,v,U-Regelung* bessere Ergebnisse als mit den anderen Regelungsarten realisiert wurden. Grundsätzlich zeigen die Ergebnisse, dass durch die Kombination aus Partikelintensität, -geschwindigkeit und Spannung der Zustand des Beschichtungsprozesses und die daraus resultierenden Beschichtungseigenschaften über die Elektrodenlaufzeit am besten beschrieben werden. Dies wurde mithilfe der ausführlichen Grundlagenversuche sichergestellt. Darüber hinaus wird im Folgenden eine Betrachtung der einzelnen Regelgrößen durchgeführt, um deren Eigenschaften und Wirkungen im Gesamtkontext des mehrdimensionalen Regelungsansatzes zu erläutern. Zum einen wird bei der *Int,v,U-Regelung* die Spannung konstant gehalten, deren Abfall allgemein hin als Auslöser für die Prozessveränderungen über die

Elektrodenlaufzeit gilt. Unter dieser Annahme hat die Vorgehensweise den Vorteil, dass auch messtechnisch nicht erfassbare Effekte durch die Regelung berücksichtigt und kompensiert werden. Als zweite Größe wird die Partikelgeschwindigkeit geregelt, die im Vergleich zur Partikeltemperatur messtechnisch sehr robust gegenüber äußeren Einflüssen erfassbar ist. Durch die Beschreibung der kinetischen Energie der Partikel haben Veränderungen bei dieser Messgröße einen großen Einfluss auf die erzeugte Schichtstruktur. Außerdem ist sie ein Hauptindikator für Veränderungen aufgrund einer Drehung des Spritzfleckes. Die dritte Regelgröße ist die Partikelintensität, welche als integraler Kennwert die Helligkeit des Partikelstrahls quantifiziert (Kapitel 3.2.2). Im Gegensatz zur Partikeltemperatur wird sie jedoch nicht in einem kleinen Messvolumen im Zentrum des Spritzstrahls ermittelt, sondern über den gesamten Querschnitt. Damit stellt die Partikelintensität die thermische Energie im kompletten Spritzstrahl dar und ist im Gegensatz zur Partikeltemperatur auch weniger empfindlich gegenüber lokalen Veränderungen, die beispielsweise durch eine elektrodenverschleißbedingte Spritzstrahldrehung auftreten können (vgl. Kapitel 2.2.3 und 2.3.4). Die Unterschiede bei den Beschichtungsergebnissen zwischen der *Int, v, U-* und der *T, v, U-Regelung* zeigen, dass insbesondere die Verwendung der Partikelintensität statt der Partikeltemperatur die erfolgreiche Prozessregelung ermöglicht hat. Neben der Auswahl der Regelgrößen könnte auch die folgende Vorgehensweise dazu beigetragen haben: Da je nach Qualität und Eigenschaften der einzelnen Elektroden unterschiedliche Startwerte bei den Regelgrößen realisiert werden, basiert die vorgestellte Regelung nicht auf fest vorgegebenen Anlagen- und Partikelparametern. Die Prozessfenster werden einmalig zu Beginn der Regelung anhand der sich einstellenden Startwerte und vorher ermittelten Regelgenauigkeit festgelegt. Es handelt sich damit um dynamische, auf die individuelle Elektrode bezogene Prozessfenster.

Bei der Planung, Vorbereitung und Durchführung der Versuche in der vorliegenden Arbeit ist mit größtmöglicher Sorgfalt und Präzisi-

on vorgegangen worden. Trotzdem gibt es eine Vielzahl an Fehlerquellen, welche die vorgestellten Ergebnisse beeinflusst haben könnten. Die Störgrößen und messtechnischen Schwächen bei Partikeldiagnostik und Schichtdickenmessung wurden bereits ausführlich in Kapitel 2.3.2, 3.2 und 5.4 beschrieben. Einen weiteren Einfluss auf die Beschichtungsergebnisse könnten Anlagentechnik und Verbrauchsmaterialien haben: Dazu gehören beispielsweise Schwankungen der Plasmagas- oder Pulverqualität innerhalb der Spezifikation oder Variationen bei der Probenvorbereitung durch das Aktivierungsstrahlen. Neben produktionsmittelinduzierten Effekten könnten jedoch auch methodische Fehler für verfälschte Versuchsergebnisse verantwortlich sein. Grundsätzlich wurden alle Versuche systematisch und auf statistischen Methoden basierend geplant. Außerdem wurden zusätzliche Untersuchungen durchgeführt, wie beispielsweise in Kapitel 6.2.2 zum Ausschluss von Scheinkorrelation zwischen den Steuer- und Regelgrößen. Trotzdem wären bei Anwendung einer alternativen Vorgehensweise variierende Beschichtungsergebnisse erzeugt worden. Dies gilt unter anderem für die Versuchsdauer der Regelungsversuche, da aufgrund der auftretenden Trends mit einer verlängerten Versuchslaufzeit auch eine Veränderung der Prozessfähigkeiten bewirkt worden wäre. Eine weitere Fehlerquelle ist außerdem der „Einflussfaktor Mensch“: Der Maschinenbediener kann bei der semi-automatischen Regelung beispielsweise exakt ins Zentrum oder an den Rand des Prozessfensters regeln und damit die Versuchsergebnisse beeinflussen. Außerdem können bei der metallografischen Auswertung, je nach Präzision der Ausführung der vorgegebenen Prozesse, Variationen bei den Messergebnissen verursacht werden. Insgesamt ist an dieser Stelle zu erwähnen, dass in der kompletten vorliegenden Arbeit keine Ausreißer in den Messergebnissen entfernt wurden, da die Schwankungen des Beschichtungsprozesses möglichst unverfälscht dargestellt werden sollten.

Die in der vorliegenden Arbeit beschriebenen Ergebnisse stellen den aktuellen Status der entwickelten Prozessregelung dar, welche auf Ba-

sis einer eingeschränkten Anzahl an Versuchen entwickelt wurde. Bei der Anwendung der Regelung über eine Vielzahl von Elektrodenlaufzeiten sollte auf Basis der gewonnen Erfahrung eine weitere Optimierung des Verfahrens angestrebt werden. Ein möglicher Ansatz könnte beispielsweise die Implementierung einer voll-automatischen Regelung sein, um die Reproduzierbarkeit der Regelung zu gewährleisten und geringere Schwankungen bei der Variierung der Steuergrößen zu realisieren. Außerdem könnte durch Integration der Wechselwirkungen in das Regelungsmodell der Regelungsprozess beschleunigt werden, auch wenn in der vorliegenden Arbeit nur geringe Auswirkungen nachgewiesen worden sind. Eine weitere Produktivitätssteigerung wäre zudem möglich, wenn die Regelung nur zu bestimmten Zeitpunkten durchgeführt werden müsste, beispielsweise nach einer bestimmten Anzahl an Prozessstunden oder einem definierten Schichtgewichts- oder Schichtdickenabfall.



# 7 Zusammenfassung und Ausblick

Die Entwicklung einer Prozessregelung für atmosphärische Plasmaspritzprozesse zur Kompensation elektrodenschleißbedingter Effekte stellt eine komplexe Herausforderung dar. Dies ist insbesondere auf die Vielzahl an Einflussgrößen und hohe Sensitivität bezüglich Variationen in vorgelagerten Prozessen und Hilfsstoffen zurückzuführen.

Das Ziel der zu entwickelnden Prozessregelung ist die Stabilisierung des Beschichtungsprozesses bezüglich definierter Zielgrößen. Aufgrund ihrer Bedeutung in der industriellen Fertigung sind dabei die Schichtdicke und ergänzend das Schichtgewicht verwendet worden. Als Indikator für Mikrostrukturveränderungen wurde die Porosität der Schicht ermittelt. Die Basis für die Entwicklung der Prozessregelung stellt eine detaillierte Datenanalyse eines unregelmäßigen Langzeitbeschichtungsversuches dar. Darin wurden Veränderungen der Beschichtungsergebnisse mit den Anlagen- und Partikelmessgrößen über die Elektrodenlaufzeit korreliert, um die wichtigsten Einflussgrößen und damit mögliche Regelgrößen zu identifizieren. Im Anschluss wurden mithilfe von Versuchsreihen auf Basis von statistischer Versuchsplanung die geeignetesten Steuer- und Regelgrößen ermittelt. Für die Implementierung sind im nächsten Schritt die Messgrößenvarianz, Nichtlinearitäten und Wechselwirkungen analysiert worden. Außerdem wurde das Regelungsmodell definiert und programmtechnisch an der Beschichtungsanlage umgesetzt. Die Überprüfung der Prozessregelungsansätze erfolgte in Langzeitbeschichtungsversuchen, deren Ergebnisse mit dem unregel-

ten Beschichtungsprozess verglichen wurden. Abschließend erfolgten die Verifizierungsversuche und zudem eine Übertragung der Prozessregelung auf einen alternativen Beschichtungsprozess.

Die Versuchsergebnisse zeigen beim Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung fallende Schichtdicken und Schichtgewichte über die Elektrodenlaufzeit aufgrund einer sinkenden Spritzeffizienz. Außerdem ist durch die veränderte Mikrostruktur eine steigende Porosität ermittelt worden. Die Regressionsanalyse zeigt dabei, dass die über die Versuchslaufzeit fallenden Messgrößen Partikelgeschwindigkeit ( $v$ ), elektrische Spannung ( $U$ ) und Partikelintensität ( $Int$ ) bzw. Partikeltemperatur ( $T$ ) die besten Korrelationen zu den Beschichtungszielgrößen aufweisen. Da messtechnikbedingt die Partikeltemperatur und Partikelintensität nicht gleichzeitig als Regelgrößen verwendet werden können, sind  $T, v, U$  und  $Int, v, U$  als zu überprüfende Prozessregelungsansätze definiert worden. Der Ansatz für das Regelungsverfahren besteht darin, dass diese drei Messgrößen den Prozesszustand mit ausreichender Präzision beschreiben, um durch Regelung auf konstante Werte gleichbleibende Beschichtungszielgrößen zu realisieren. Die Regelgrößen werden durch die Steuergrößen Stromstärke, Primär- und Sekundärgas variiert, welche in Versuchsreihen die stärksten Effekte auf die betrachteten Regelgrößen aufweisen. Im Vergleich der Langzeitbeschichtungsversuche zeigt sich, dass die *Int, v, U-Regelung* insgesamt die stärkste Stabilisierung des Beschichtungsprozesses ermöglicht. Insbesondere bezüglich Porosität und Schichtgewicht wurden die Prozessschwankungen signifikant reduziert. Die Unterschiede zwischen der *T, v, U-* und *Int, v, U-Regelung* sind dabei hauptsächlich auf die verschiedenen Methoden zur Ermittlung von Partikelintensität und -temperatur zurückzuführen. Diese liegen darin, dass die Partikeltemperatur in einem relativ kleinen Messvolumen im Zentrum des Spritzstrahls ermittelt wird, während die Partikelintensität einen integralen Kennwert für die Helligkeit aller aufgeschmolzenen Partikel über den kompletten Spritzstrahlquerschnitt darstellt. Die Verifizierungsversuche bestätigen die Stabilisierung der

Beschichtungsergebnisse unter Anwendung der *Int,v,U-Regelung* und zeigen darüber hinaus, dass eine Regelung auf Basis konstanter elektrischer Leistung keine reduzierten Prozessschwankungen bewirkt. Die Anwendung der entwickelten Prozessregelung auf einen alternativen Beschichtungsprozess zeigt abschließend, dass der Prozessregelungsansatz auch auf andere atmosphärische Plasmaspritzprozesse anwendbar ist und die Beschichtungsergebnisse über die komplette Turbinenschaufel stabilisiert werden.

In der Gesamtbetrachtung ist damit gezeigt worden, dass eine Regelung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses auf Basis von qualitativen und quantitativen Anlagen- und Partikelmessgrößen in Kombination mit linearen Regressionsbeziehungen möglich ist. Die Zielgrößen Schichtdicke, Schichtgewicht und Mikrostruktur wurden sowohl im Kurzzeitbereich über wenige Stunden, als auch in Bezug auf die elektrodenverschleißinduzierten Langzeiteffekte stabilisiert.

Das Verfahren birgt für die industrielle Anwendung verschiedene Potentiale: Zum einen werden reduzierte Prozessschwankungen und damit eine konstantere Produktqualität ermöglicht, beispielsweise durch eine stabilisierte Mikrostruktur. Außerdem führt die Anwendung der Regelung zu Kostenersparnissen aufgrund reduzierter Abweichungen und Nacharbeiten. Ein weiterer Vorteil liegt in den reduzierten Kosten und Rüstzeiten durch die potentiell verlängerten Elektrodenstandzeiten. Nachteilig wirkt sich demgegenüber hauptsächlich die erforderliche Zeit an der Beschichtungsanlage durch den Regelungsvorgang aus, der vor jedem Beschichtungsvorgang durchgeführt wird.

Das übergeordnete Ziel der Prozessregelung liegt darin, für beschichtete Bauteile die gleiche Leistung im Einsatz, beispielsweise in der Gasturbine, zu gewährleisten. In der vorliegenden Arbeit wurden dazu die drei Beschichtungszielgrößen Schichtdicke, Schichtgewicht und Porosität als Indikatoren für gleichbleibende Schichtqualität verwendet. Zur Verifizierung müsste jedoch überprüft werden, ob durch die konstantere Schichtstruktur und Schichtdicke auch die Qualität der Beschich-

tung für alle mit einem Elektrodenpaar beschichteten Turbinenschaufeln verbessert wird oder ob beispielsweise durch den erhöhten Wasserstoffanteil andere nachteilige Effekte auftreten. Dazu könnten Thermozyklierversuche oder Regenbogentests verwendet werden. Einen weiteren Anknüpfungspunkt für Untersuchungen bilden die Mikrostrukturveränderungen, die in der vorliegenden Arbeit mithilfe der Porosität quantifiziert wurden. Dabei könnte eine softwaregestützte Analyse der Mikrostruktur durchgeführt werden, um beispielsweise die Porengröße oder die Anzahl und Länge der Risse zu quantifizieren.

Die in der vorliegenden Arbeit entwickelte Prozessregelung stellt trotz der beschriebenen Einschränkungen einen vielversprechenden Ansatz dar, die Prozessschwankungen beim atmosphärischen Plasmaspritzprozess signifikant zu reduzieren. Im Vergleich zu alternativen Prozessregelungsansätzen schließt die entwickelte Prozessregelung mit der elektrischen Spannung neben Partikelmessgrößen auch eine Anlagenmessgröße ein. Außerdem wird die Regelung auf Basis einfach zu ermittelnder linearer Verknüpfungen zwischen den Steuer- und Regelgrößen realisiert. Die Leistungsfähigkeit der Prozessregelung ist dabei in umfangreichen Langzeitversuchen mit einer kontinuierlichen Beschichtung zwischen 40 und 100 Stunden überprüft worden. Darüber hinaus lässt sich die Regelung direkt auf bestehende Beschichtungsprozesse anwenden, da die Versuche fertigungsnah an Produktionsanlagen und anhand von Turbinenschaufeln durchgeführt wurden.

Die Anforderungen an keramische Wärmedämmschichten im Gasturbinenbau werden in Zukunft weiter steigen, um eine kontinuierliche Effizienzsteigerung der Turbinen zu ermöglichen. Für die Unternehmen wird es daher erforderlich sein, die Anstrengungen bezüglich Diagnostik und Prozesskontrolle zu steigern, um den Prozessschwankungen beim atmosphärischen Plasmaspritzen im Kurzzeit- und Langzeitbereich entgegenzuwirken. Nur damit ist es auch zukünftig möglich, die steigenden Qualitätsanforderungen an die Beschichtungen zu erfüllen.

# Anhang

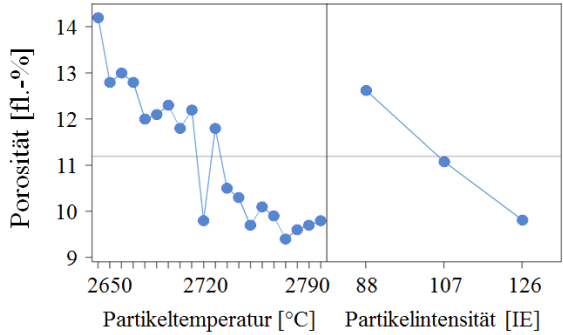
I-1: Versuchsplan und Messergebnisse des Grundlagenversuches zur Ermittlung des Einflusses der möglichen Regelgrößen auf die Beschichtungszielgrößen (Kapitel 6.2.2).

- Steuergrößen: Stromstärke (I), Primärgas (PG), Sekundärgas (SG)
- Regelgrößen: Temperatur (T), Intensität (Int), Geschwindigkeit (v), Spannung (U)
- Zielgrößen: Schichtdicke (D), -gewicht (G) und -porosität ( $p_{fl.-%}$ )

#	Steuergrößen			Regelgrößen				Zielgrößen		
	I	PG	SG	T	Int	v	U	D	G	P
	[A	$\frac{l}{min}$	$\frac{l}{min}$ ]	[°C]	[IE]	$[\frac{m}{s}]$	[V]	[µm]	[g]	[fl.-%]
1	580,3	39,9	10,0	2694,5	107,3	237,9	63,6	264,8	9,8	12,2
2	555,2	39,4	8,3	2628,2	89,7	225,1	61,0	243,7	8,4	14,2
3	625,2	40,9	12,0	2766,6	126,9	251,1	67,2	257,2	11,0	9,9
4	520,1	36,4	11,5	2739,7	126,1	225,5	67,0	304,6	11,0	10,3
5	650,4	43,4	8,7	2669,8	88,7	251,6	61,1	236,6	8,7	12,0
6	530,0	40,7	10,7	2642,5	88,7	223,5	66,6	255,1	8,8	12,8
7	625,2	40,7	12,2	2776,3	126,8	251,0	67,3	253,9	10,7	9,6
8	580,3	39,9	10,5	2719,1	107,9	237,5	64,1	274,1	9,9	11,8
9	535,1	34,4	9,0	2748,6	124,9	224,6	60,8	327,1	10,8	9,7
10	580,3	39,9	10,5	2717,5	106,3	238,5	64,2	273,9	10,1	9,8
11	545,1	38,5	8,4	2661,7	88,9	225,6	61,0	243,4	8,8	12,8
12	515,1	35,9	11,5	2753,5	126,1	225,1	67,4	291,6	10,8	10,1
13	630,4	38,7	9,4	2786,9	125,2	252,1	61,2	248,4	10,3	9,8
14	525,1	41,2	11,0	2656,9	87,4	225,2	67,5	242,4	8,6	13,0
15	535,2	34,2	9,0	2767,1	129,6	226,3	61,0	294,4	10,9	9,4

#	Steuergrößen			Regelgrößen				Zielgrößen		
	I	PG	SG	T	Int	v	U	D	G	p
	[A   $\frac{l}{min}$   $\frac{l}{min}$ ]			[°C]	[IE]	[ $\frac{m}{s}$ ]	[V]	[µm]	[g]	[fl.-%]
16	640,4	43,9	8,7	2673,9	87,4	251,6	61,1	230,6	8,1	12,1
17	620,2	38,6	9,3	2776,5	127,6	251,1	61,1	262,5	10,4	9,7
18	630,3	45,4	11,3	2676,8	87,5	250,1	66,3	236,5	8,8	12,3
19	580,3	39,9	10,4	2723,4	106,9	238,4	64,1	249,6	9,8	10,5
20	625,3	45,4	11,8	2680,5	89,8	249,9	67,2	225,0	8,7	11,8

I-2: Effekt von Partikeltemperatur und -intensität auf die Beschichtungszielgröße Porosität. (Kapitel 6.2.2).



I-3: Ermittlung der relativen empirischen Standardabweichung  $s$  an verschiedenen Messpunkten (MP) für die Beschichtungszielgrößen (Kapitel 6.3.1).

a) Schichtdicke [%]

Messung	MP1	MP2	MP3	MP4	MP5	MP6	MP7	MP8	MP9
#1	99,9	98,6	99,6	98,9	98,1	99,9	99,4	101,2	98,5
#2	101,9	100,7	101,3	104,6	99	108,8	100,8	105,4	98,5
#3	100,6	97,8	97	105,3	94,6	102	99,8	101,6	98,5
#4	99,3	95,7	102	99,5	102,5	98,7	101,9	97,4	97,2
#5	101,5	103,7	100,7	97,9	97,7	99,1	100,5	94,9	103,8
#6	98,3	103,3	99,6	97,5	105,2	96,3	92,1	104,5	102,5
#7	101,5	98,2	100,7	98,2	96,8	93,9	101,5	102,4	98,5
#8	97	102	99,3	98,2	106,1	101,2	104	92,8	102,5
s [%]	1,7	2,9	1,5	3,1	4,1	4,4	3,5	4,5	2,5
Der Mittelwert der emp. Standardabweichung $s$ beträgt: 3,1 %									

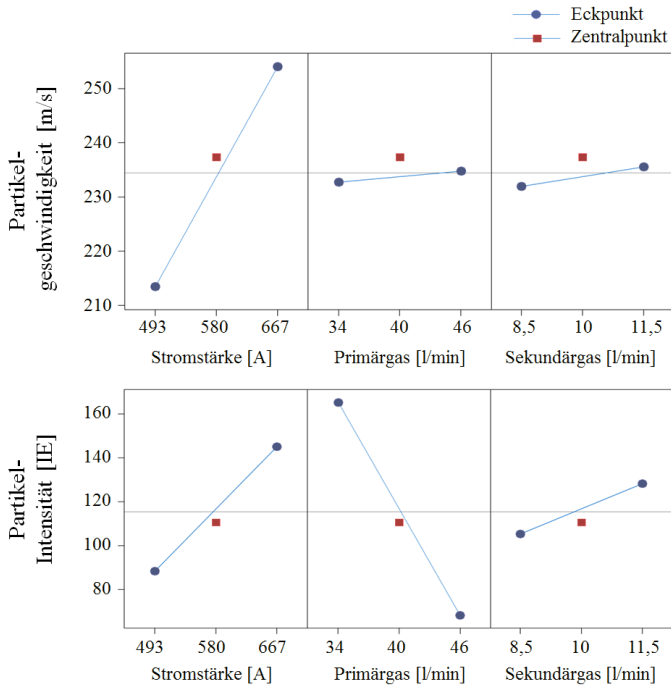
b) Schichtgewicht [%]

Messung	Messwert [%]
#1	99,9
#2	100,3
#3	99,8
#4	99,9
#5	99,9
#6	100,0
#7	100,2
#8	99,8
s [%]	0,2

c) Porosität [%]

Mes- sung	MP1	MP2	MP3	MP4	MP5	MP6	MP7	MP8
#1	100,9	97,1	105,9	104,1	104,8	99,1	105,0	103
#2	93,8	102,0	115,2	89,7	93,4	95,8	94,4	98,1
#3	93,1	116,6	102,8	103,5	91,5	103,8	90,7	102,3
#4	96,2	93,6	96,2	106,4	92,5	99,4	95,5	113,2
s [%]	3,5	10,1	7,9	7,6	6,2	3,3	6,1	6,4
Der Mittelwert der emp. Standardabweichung s beträgt: 6,4 %								

I-4: Haupteffektdiagramme der Einflussgrößen Stromstärke, Primär- und Sekundärgas auf die Regelgrößen Partikelgeschwindigkeit und -intensität (Kapitel 6.3.2).

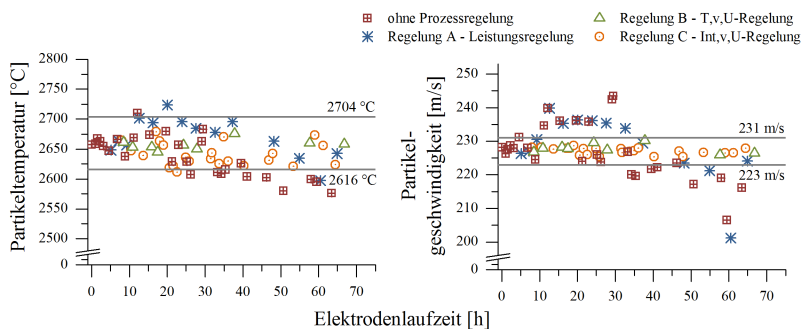




I-5: Regressionszusammenhänge zwischen den Steuer- und Regelgrößen beim Verifizierungsversuch (Kapitel 6.5).

Systemgröße	T [%]	Int [%]	v [%]	U [%]
Stromstärke [%]	0,10	1,16	0,41	-0,24
Primärgas [%]	-0,11	-2,42	0,11	0,21
Sekundärgas [%]	0,07	0,76	0,07	0,27

I-6: Partikeltemperatur und -geschwindigkeit über der Elektrodenlaufzeit im Verifizierungsversuch (Kapitel 6.5).



I–7: Versuchsergebnisse zu Schichtdicke und Porosität an verschiedenen Bereichen der Turbinenschaufel (Kapitel 6.6).

Messbereich	Saugseite Blatt	Eintrittskante	Kopfplattform	Druckseite Blatt	Radius	Mittelwert*
<i>Schichtdicke: ohne Prozessregelung [<math>\mu\text{m}</math>]</i>						
Versuch 1	556	600	610	576	550	596
Versuch 2	543	630	620	583	566	605
Versuch 3	530	610	550	533	496	552
Versuch 4	543	573	550	530	480	576
Versuch 5	510	556	550	510	443	544
<i>Schichtdicke: Int,v,U-Regelung [<math>\mu\text{m}</math>]</i>						
Versuch 1	566	593	605	543	516	595
Versuch 2	613	673	665	603	580	620
Versuch 3	593	696	625	600	560	621
Versuch 4	570	606	620	573	543	613
Versuch 5	563	626	635	596	560	640
<i>Porosität: ohne Prozessregelung [fl.-%]</i>						
Versuch 1	15,3	14,2	14,4	15,6	17,2	15,3
Versuch 2	15,5	13,7	14,2	17,5	15,8	15,3
Versuch 3	16,8	15,0	14,7	17,4	17,5	16,3
Versuch 4	16,3	15,2	18,5	15,9	16,9	16,6
Versuch 5	16,6	14,4	17,0	19,2	18,7	17,2
<i>Porosität: Int,v,U-Regelung [fl.-%]</i>						
Versuch 1	15,0	13,6	13,6	15,7	16,7	14,9
Versuch 2	15,4	12,8	13,7	16,3	15,6	14,7
Versuch 3	15,0	13,7	14,1	16,0	15,6	14,9
Versuch 4	14,4	12,9	14,2	14,9	15,0	14,3
Versuch 5	14,7	13,9	14,0	14,3	17,5	14,9

\* Die Durchschnittsberechnung der Schichtdicke ergibt sich unter Einbeziehung aller ermittelten Einzelwerte (nicht nur der fünf dargestellten Messwerte).

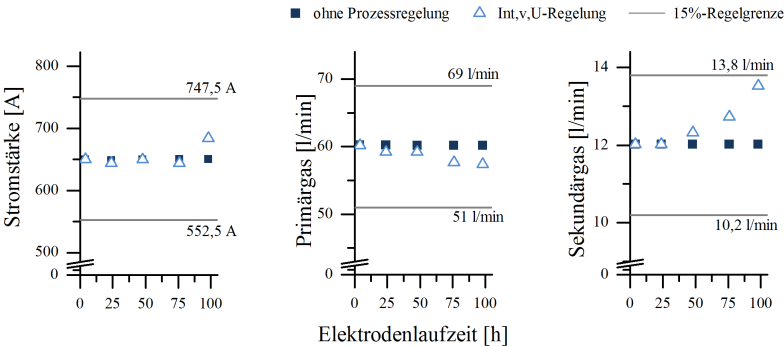
I-8: Versuchsplan und Messergebnisse zur Ermittlung der Regressionszusammenhänge zwischen den Steuer- und Regelgrößen (Kap. 6.6).

#	Niveaueusprägung			Steuergrößenvariation			Regelgrößen		
	I	PG	SG	I	PG	SG	Int	v	U
1	0	0	0	585,0	54,0	10,8	203,1	191,1	72,8
2	1	0	1	715,0	54,0	13,2	307,1	218,2	75,0
3	1	1	1	715,0	66,0	13,2	205,2	239,7	78,5
4	0	1	0	585,0	66,0	10,8	125,0	207,4	75,5
5	1	0	0	715,0	54,0	10,8	275,3	214,6	70,7
6	0	1	1	585,0	66,0	13,2	139,3	211,2	79,7
7	1	1	0	715,0	66,0	10,8	181,9	233,1	74,1
8	0	0	1	585,0	54,0	13,2	234,6	198,8	77,3

I-9: Regressionszusammenhänge zwischen den Systemgrößen (Kap. 6.6)

Systemgröße	Int [%]	v [%]	U [%]
Stromstärke [%]	1,61	0,57	-0,12
Primärgas [%]	-2,19	0,40	0,19
Sekundärgas [%]	0,60	0,13	0,29

I-10: Steuergrößen Stromstärke, Primär- und Sekundärgas über der Elektrodenlaufzeit (Kap. 6.6).



# Abkürzungsverzeichnis

APS	Atmosphärisches Plasma Spritzen
Ar	Argon
CCD	Charge-Coupled Device
EB-PVD	Electron Beam – Physical Vapour Deposition
H <sub>2</sub>	Wasserstoff
He	Helium
ICP / ECP	In-situ / Ex-situ Coating Properties
HVOF	Hochgeschwindigkeitsflammspritzen
kNN	künstliches Neuronales Netz
L2F	Laser-Zwei-Focus-Verfahren
LDA	Laser-Doppler-Anemometrie
LSA	Laser-Specle-Anemometrie
N	Stickstoff
OTG	Obere Toleranzgrenze
PDA	Phasen-Doppler-Anemometrie
PFI	Particle-Flux-Imaging
PIV	Particle-Image-Velocimetry
PSI	Particle-Shape-Imaging
PISM	Passive-Imaging-Spray-Monitor
UTG	Untere Toleranzgrenze
WDS	Wärmedämmschicht

# Symbolverzeichnis

Symbol	Bezeichnung	Dimension
$\alpha$	Regressionskoeffizient	—
$\beta$	Regressionskoeffizient	—
$c$	Lichtgeschwindigkeit	$\frac{m}{s}$
$c_p$	Prozesspotenzial	—
$c_{pk}$	Prozessfähigkeitsindex	—
$c_{pk,t}$	Prozessfähigkeitsindex (trendbereinigt)	—
$d$	Partikeldurchmesser	$\mu m$
$D$	(Schicht-) Dicke	$\mu m$
$e$	Eulersche Zahl	—
$\varepsilon$	Emissionsgrad	—
$\varepsilon_i$	Störvariable	—
$\gamma$	Regressionskoeffizient	—
$G$	(Schicht-) Gewicht	$g$
$h$	Planck'sche Konstante	$J s$
$I$	Stromstärke	$A$
$Int$	Partikelintensität	$IE$
$k$	Boltzmann Konstante	$\frac{J}{K}$
$\kappa$	Wärmeleitkoeffizient	$\frac{W}{m \cdot K}$
$l$	Lichtbogenlänge	$mm$

Symbol	Bezeichnung	Dimension
$\lambda$	Wellenlänge	$\mu m$
$L$	Spritzabstand	$mm$
$MI$	Melting-Index	—
$M_s$	Strahlungsdichte	$\frac{W}{cm^2 \mu m}$
$s$	Empirische Standardabweichung	—
$SG$	Sekundärgas (sek. Plasmagas)	$\frac{l}{min}$
$\sigma$	Standardabweichung	—
$T$	Partikeltemperatur	$^{\circ}C$
$p\%$	Relative Schichtporosität bzgl. definiertem 100% Basiswert	%
$p_{fl.} - \%$	Absolute Schichtporosität in Flächenprozent	$fl. - \%$
$P$	(elektrische) Leistung	$kW$
$PG$	Primärgas (prim. Plasmagas)	$\frac{l}{min}$
$\pi$	Kreiszahl	—
$r$	Korrelationskoeffizient	—
$R$	Spannweite	—
$\Delta t_{fly}$	Verweilzeit der Partikel im Spritzstrahl	$ms$
$U$	(elektrische) Spannung	$V$
$v$	Partikelgeschwindigkeit	$\frac{m}{s}$
$x_i$	Regressor	—
$y_i$	Regressand	—

# Formelverzeichnis

## Formel 01-02: Prozesspotenzial und Prozessfähigkeit

$$c_p = \frac{OTG - UTG}{6\sigma} \qquad c_{pk} = \frac{\min(\mu - UTG; OTG - \mu)}{3\sigma}$$

$c_p$  = Prozesspotenzial

$\sigma$  = Standardabweichung

$OTG$  = obere Toleranzgrenze

$UTG$  = untere Toleranzgrenze

## Formel 03: Lineare Einfachregression

$$y_i = \alpha + \beta x_i + \varepsilon_i \qquad i = 1, \dots, n$$

$x_i$  = Regressor

$y_i$  = Regressand

$\varepsilon_i$  = Störvariable

$\alpha, \beta$  = Schätzwerte der Regressionskoeffizienten

## Formel 04: Multiple Lineare Regression

$$y_i = \beta_0 + \beta_1 x_{i1} + \dots + \beta_p x_{ip} + \varepsilon_i \qquad i = 1, \dots, n$$

$x_i$  = Regressor

$y_i$  = Regressand

$\varepsilon_i$  = Störvariable

$\beta_0 - \beta_p$  = Schätzwerte der Regressionskoeffizienten

**Formel 05: Korrelationskoeffizient (Bravais-Pearson)**

$$r_{XY} = \frac{s_{XY}}{s_X s_Y}$$

$s_{XY}$  = Emp. Kovarianz zwischen den Merkmalen X und Y

$s_X$  = Standardabweichung von Merkmal X

$s_Y$  = Standardabweichung von Merkmal Y

**Formel 06-08: Herleitung zur Ermittlung der Temperatur mithilfe der Zweiwellenlängenpyrometrie**

$$M_s(\lambda, T) = \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \cdot \frac{1}{e^{hc/\lambda kT} - 1} \quad \left[ \frac{W}{cm^2 \mu m} \right]$$

$$\varepsilon(\lambda, T) = \frac{M(\lambda, T)}{M_s(\lambda, T)} \quad \text{bzw.} \quad M(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T) M_s(\lambda, T)$$

$$\frac{M(\lambda_1)}{M(\lambda_2)} = \frac{\varepsilon_{\lambda_1}}{\varepsilon_{\lambda_2}} \left( \frac{\lambda_2}{\lambda_1} \right)^5 \exp \left[ \frac{hc/k}{T} \left( \frac{1}{\lambda_2} - \frac{1}{\lambda_1} \right) \right]$$

$M_s$  = Strahlungsdichte

$\lambda$  = Wellenlänge

$T$  = Temperatur

$c$  = Lichtgeschwindigkeit im Vakuum

$h$  = Planck'sche Konstante

$k$  = Boltzmann Konstante

**Formel 09: Melting Index**

$$MI = \frac{T \Delta t_{fly}}{d} \quad \text{mit} \quad \Delta t_{fly} = \frac{2L}{v}$$

$MI$  = Melting Index

$\Delta t_{fly}$  = Verweilzeit im Spritzstrahl

$d$  = Partikeldurchmesser

$L$  = Spritzabstand

$v$  = Partikelgeschwindigkeit



**Formel 10-11: Regelungsmodell**

Zusammenhang zwischen den Systemgrößen (ohne Wechselwirkungen)

- i  $Int [IE] = 174 IE + 0,3 \frac{IE}{A} (I[A]) - 8,1 \frac{IE}{l/min} (PG[\frac{l}{min}])$   
 $+ 7,6 \frac{IE}{l/min} (SG[\frac{l}{min}])$
- ii  $v [\frac{m}{s}] = 80,3 \frac{m}{s} + 0,2 \frac{m/s}{A} (I[A]) + 0,2 \frac{m/s}{l/min} (PG[\frac{l}{min}])$   
 $+ 1,2 \frac{m/s}{l/min} (SG[\frac{l}{min}])$
- iii  $U [V] = 38,9 V - 0,0 \frac{V}{A} (I[A]) + 0,4 \frac{V}{l/min} (PG[\frac{l}{min}])$   
 $+ 2,4 \frac{V}{l/min} (SG[\frac{l}{min}])$

Auswertung des linearen Gleichungssystems

- i  $Int_{ist} - Int_{soll} = \alpha_1 (I_{ist} - I_{soll}) + \beta_1 (PG_{ist} - PG_{soll})$   
 $+ \gamma_1 (SG_{ist} - SG_{soll})$
- ii  $v_{ist} - v_{soll} = \alpha_2 (I_{ist} - I_{soll}) + \beta_2 (PG_{ist} - PG_{soll})$   
 $+ \gamma_2 (SG_{ist} - SG_{soll})$
- iii  $U_{ist} - U_{soll} = \alpha_3 (I_{ist} - I_{soll}) + \beta_3 (PG_{ist} - PG_{soll})$   
 $+ \gamma_3 (SG_{ist} - SG_{soll})$

$Int$  = Partikelintensität

$v$  = Partikelgeschwindigkeit

$U$  = Spannung

$I$  = Stromstärke

$PG$  = Primärgas

$SG$  = Sekundärgas

$\alpha, \beta, \gamma$  = Regressionskoeffizienten

# Literaturverzeichnis

- [1] PROGRESSIVE TECHNOLOGIES: *Next Generation 100HE Plasma Spray Torch*. In: Spraytime, The International Thermal Spray Association Bd. 17 Nr. 1, 2009, S. 39.
- [2] SCHNEIDER, K.E.; BELASCHENKO, V.; DRATWINSKI, M.; SIEGMANN, S.; ZAGORSKI, A.: *Thermal Spray for Power Generation Components*. Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2006, S. 31ff, 55, 106 - 118, 125ff, 131, 149, 215 - 221.
- [3] NORMENAUSSCHUSS SCHWEISSTECHNIK (NAS): *DIN EN 14616: Empfehlungen für das thermische Spritzen*. Beuth Verlag, Berlin, 2004, S. 4.
- [4] LUGSCHEIDER, E.(HRSG.): *Handbuch der thermischen Spritztechnik: Technologien - Werkstoffe*. Fachbuchreihe Schweißtechnik, Bd. 139, DVS-Verlag, Düsseldorf 2002, S. 7 - 11, 40 - 46, 68, 104 - 114, 144 - 148.
- [5] HILPERT, T.: *Elektrische Charakterisierung von Wärmedämmschichten mittels Impedanzspektroskopie*. Dissertation, Universität Fridericiana Karlsruhe, 2006, S. 17ff.
- [6] SHINODA, K.; KOJIMA, Y.; YOSHIDA, T.: *In Situ Measurement System for Deformation and Solidification phenomena of Yttria-Stabilized Zirconia Droplets Impinging on Quartz Glass Substrate under Plasma-Spraying Conditions*. Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 14/4, 2005, JTTEE5 14:511-517, DOI: 10.1361/105996305X76531 S. 511 - 515
- [7] SAMPATH, S.; HERMAN, H.: *Rapid Solidification and Microstructure Development during Plasma Spray Deposition*. Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 5/4, 1996, JTTEE5 5:445-456, S. 445 - 456

- [8] BÜRCEL, R.; MAIER, H.J.; NIENDORF, T.: *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*. 4. Auflage, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2011, S. 507, 520 - 532.
- [9] LADRU, F.J.: *Entwicklung einer Online-Prozeßkontrolle beim Atmosphärischen Plasmaspritzen für die Herstellung dicker Wärmedämmschichten*. Dissertation, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen 1999, S. 12, 61.
- [10] VASSEN, R.: *Entwicklung neuer oxidischer Wärmedämmschichten für Anwendungen in stationären und Flug-Gasturbinen*. Schriften des Forschungszentrums Jülich, Reihe Energietechnik Bd. 33, 2004, ISSN: 1433-5522.
- [11] MAUER, G.; VASSEN, R.; STÖVER, D.: *Plasma and Particle Temperature Measurements in Thermal Spray: Approaches and Applications*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 20 Nr. 3, 2010, DOI: 10.1007/s11666-010-9603-z, S. 391 - 406.
- [12] KILLINGER, A.: *Funktionskeramische Schichten durch thermokinetische Beschichtungsverfahren*. Shaker Verlag, Aachen, 2010, S. 31, 41, 109, 111 - 125, 132.
- [13] BACH, FR.W.; DUDA, T.: *Moderne Beschichtungsverfahren*. Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2000, S. 31, 119, 43.
- [14] NUTSCH, G.: *Die Anwendung des thermischen Plasmas in der Werkstofftechnik*. Habilitation, Technische Universität Ilmenau, 1995, S. 48ff.
- [15] KLEPPMANN, W.: *Taschenbuch Versuchsplanung – Produkte und Prozesse optimieren*. 7. Auflage, Praxisreihe Qualitätswissen, Carl Hanser Verlag, München 2011, S. 11ff, 199ff.
- [16] SCHNAUT, U.: *Ein Beitrag zum Verständnis der Vorgänge beim Hochgeschwindigkeitsflammspritzen mit Hilfe der Methode Simulation*. Dissertation, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 1994.
- [17] LEISTNER, E.: *Gefügeatlas zur Präparation und Auswertung thermischer Spritzschichten*. Fachbuchreihe Schweißtechnik, Bd. 146, DVS-Verlag, Düsseldorf, 2001, S. 11 - 13.

- [18] HERMANN, H.: *Plasma-Sprayed Coatings*. Scientific American, 1988, S. 78
- [19] MATHESIUS, H.A.; KRÖMMER, W.: *Praxis des thermischen Spritzens*. Die Schweißtechnische Praxis Bd. 37, DVS Media, Düsseldorf, 2009, S. 52ff.
- [20] FRANK, H.: *Modellierung der Gefügeausbildung bei thermischen Spritzprozessen*. Dissertation, Technische Universität Ilmenau, 2006, S. 12ff, 24ff.
- [21] CHANG, G.C.; PHUCHAROEN, W.: *Behaviour of Thermal Barrier Coatings for Advanced Gas Turbine Blades*. Surface and Coatings Technology Bd. 30, 1987, S. 13-28
- [22] HERTTER, M.: *Thermowechsel-und Oxidationsbeständigkeit keramischer Wärmedämmschichten*. Dissertation, Technischen Universität München, 2000.
- [23] HEIMANN, R.B.: *Plasma Spray Coating: Principles and Applications*. 2. Auflage, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2008.
- [24] NORMENAUSSCHUSS SCHWEISSTECHNIK (NAS): *DIN EN 657:2005 Thermisches Spritzen – Begriffe, Einteilung*. Beuth Verlag, Berlin, 2005.
- [25] BACH, FR.W.; MÖHWALD, K.; LAARMANN, A.; WENZ, T.: *Moderne Beschichtungsverfahren*. Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2005, S. 132, 212.
- [26] SULZER METCO: *Atmospheric Plasma Spray Solutions*. 2006.
- [27] PAWLOWSKI, L.: *The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings*. John Wiley & Sons, Chechester / England, 1995.
- [28] MOREAU, C.; LEBLANC, L.: *Optimization and Process Control for High Performance Thermal Spray Coatings*. In: Key Engineering Materials Bd.197, 2001, DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.197.27, S. 27-58.
- [29] PELLKOEFER, W.: *Überwachung und Stabilisierung des Plasmaspritzprozesses und der Schichteigenschaften mittels qualitativer optischer Erfassung des Plasma- und Partikelstrahls*. Dissertation, Technischen Universität Berlin, 2003.

- [30] SULZER METCO: *F4-Plasmabrenner*. Produkthandbuch, 2004.
- [31] SULZER METCO: *TriplexPro-210 Advanced Plasma Spray Gun*. Produktdatenblatt, 2012.
- [32] RAMACHANDRAN, C.S.; BALASUBRAMANIAN, V.; ANANTHAPADMANABHAN, P.V.: *Multiobjective Optimization of Atmospheric Plasma Spray Process Parameters to Deposit Yttria-Stabilized Zirconia Coatings Using Response Surface Methodology*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 20 Nr. 3, 2011, JTTEE5 20:590-607, DOI: 10.1007/s11666-010-9604-y, S. 590-607.
- [33] REMESH, K.; YU, S.C.M.; BERNDT, C.C.: *Computational Study and Experimental Comparison of the In-Flight Particle Behavior for an External Injection Plasma Spray Process*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 12 Nr. 4, 2003, JTTEE5 12:508-522, S. 508-522.
- [34] RAMASAMY, R.; SELVARAJAN, V.; PERUMAL, K.; SHANMUGAVELAYUTHAM, G.: *An attempt to develop relations for the arc voltage in relation to the arc current and gas flow rate*. In: Vacuum, Bd. 59, 2000, PII: S0042-207X(00)00261-X, S. 118-125.
- [35] AZARMI, F.; COYLE, T.W.; MOSTAGHIMI, J.: *Optimization of Atmospheric Plasma Spray Process Parameters using a Design of Experiment for Alloy 625 coatings*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 17 Nr. 1, 2008, DOI: 10.1007/s11666-007-9142-4, JTTEE5 17:144-155, S. 144-155.
- [36] STREIBL, T.; VAIDYA, A.; FRIIS, M.; SRINIVASAN, V.; SAMPATH, S.: *A Critical Assessment of Particle Temperature Distributions During Plasma Spraying: Experimental Results for YSZ*. In: Plasma Chemistry and Plasma Processings, Bd. 26, 2006, DOI: 10.1007/s11090-005-8727-2, S. 73-102.
- [37] BISSEON, J.F.; GAUTHIER, B.; MOREAU, C.: *Effect of Plasma Fluctuations on In-Flight Particle Parameters*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 12 Nr. 1, 2003, JTTEE5 12:38-43, S. 38-43.
- [38] SRINIVASAN, V.; VAIDYA, A.; STREIBL, T.; FRIIS, M.; SAMPATH, S.: *On the Reproducibility of Air Plasma Spray Process*

- and Control of Particle State*. International Thermal Spray Conference, Seattle, 2006.
- [39] GUESSASMA, S.; MONTAVON, G.; CODDET, C.: *Neural Computation to Predict In-Flight Particle Characteristic Dependences From Processing Parameters in the APS Process*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 13 Nr. 4, 2004, JTTEE5 13:570-585, DOI: 10.1361/10599630419391, S. 570 - 585.
- [40] LADRU, F.; REYMANN, H.; MENSING, M.; ZIMMERMANN, S.; FISCHER, J.: *Tailoring of YSZ Powders to Meet Fixed Process Windows, Parameters and Properties for Land Based Turbine Applications*. International Thermal Spray Conference, Seattle, 2006.
- [41] VAIDYA, A.; BANCHE, G.; SAMPATH, S.; HERMAN, H.: *Influence of Process Variables on the Plasma Sprayed Coatings: An Integrated Study*. International Thermal Spray Conference, 2001, ISSN: 9780871707376, S. 1345 - 1349.
- [42] PLANCHE, M.P.; COUDERT, J.F.; FAUCHAIS, P.: *Velocity Measurements for Arc Jets Produced by a DC Plasma Spray Torch*. In: Plasma Chemistry and Plasma Processing, Bd. 18 Nr. 2, 1998.
- [43] REMESH, K.; NG, H.W.; YU, S.C.M.: *Influence of process parameters on the deposition footprint in plasma-spray coating*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 12 Nr. 3, 2003, JTTEE5 12:377-392, S. 377 - 392.
- [44] FAUCHAIS, P.; COUDERT, J.F.; VARDELLE, M.; VARDELLE, A.; DENOIRJEAN A.: *Diagnostics of Thermal Spraying Plasma Jets*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 1 Nr. 2, 1992, JTTEE5 1:117-128, S. 117 - 128.
- [45] VAIDYA, A.: *Process Maps for Thermal Spray: A Fundamental Approach to Process Property Relationships*. Dissertation, Stony Brook University, 2004.
- [46] ZELLER, R.: *Untersuchung zur Qualifizierung des Plasmaspritzens*. Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 1997, S. 10ff, 44 - 49, 59 - 60, 90.

- [47] HEIMANN, B.: *Better Quality Control: Stochastic Approaches to Optimize Properties and Performance of Plasma-Sprayed Coatings*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 19 Nr. 4, 2010, JTTEE5 19:765-778, DOI: 10.1007/s11666-009-9385-3, S. 765 - 778.
- [48] MARPLE, B.R.; LIMA, R.S.; MOREAU, C.; KRUGER, S.E.; XIE, L.; DORFMAN, M.R.: *Yttria-Stabilized Zirconia Thermal Barriers Sprayed Using N<sub>2</sub>-H<sub>2</sub> and Ar-H<sub>2</sub> Plasmas: Influence of Processing and Heat Treatment on Coating Properties*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 16 Nr. 5 - 6, 2007, S. 794.
- [49] KHAN, A.N.; LU, J.: *Manipulation of air plasma spraying parameters for the production of ceramic coatings*. In: Journal of Materials Processing Technology, 2009, S. 2508 - 2514.
- [50] WANG, P.; YU, S.C.M.; NG, H.W.: *Correlation of Plasma Sprayed Coating Deposition Efficiency with Volume Flux Measurement by Phase Doppler Anemometry*. Springer Science+Business Media, Berlin, 2007, S. 332.
- [51] MIHM, S.; DUDA, T.; THOMAS, G.; GRUNER, H.; DZUR, B.: *TBC coating cost reduction by optimization of the Atmospheric Plasma Spray process*. International Thermal Spray Conference, Hamburg, 2011, S. 3.
- [52] PORTINHA, A.; TEIXEIRA, V.; CARNEIRO, J.; MARTINS, J.; COSTAC, M.F.; VASSEN, R.; STOEVEER, D.: *Characterization of thermal barrier coatings with a gradient in porosity*. In: Surface & Coatings Technology 195, 2005, S. 245 - 251.
- [53] PRYSTAY, M.; GOUGEON, P.; MOREAU, C.: *Structure of Plasma-Sprayed Zirconia Coatings Tailored by Controlling the Temperature and Velocity of the Sprayed Particles*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 10 Nr. 1, 2001, JTTEE5 10:67-75, S. 67 - 75.
- [54] DZULKO, M.: *Entwicklung des Mehranoden DC-Plasmagenerators „Delta Gun“*. Dissertation, Universität der Bundeswehr München, 2007.
- [55] HÖHLE, H.-M.: *Plasmaspritzen*. Sulzer Metco, 2004.

- [56] LEBLANC, L.; GOUGEON, P.; MOREAU, C.: *Investigation of the Long-Term Stability of Plasma Spraying by Monitoring Characteristics of the Sprayed Particles*. ASM International, 1997.
- [57] WECKMANN, H.; FIEBIG, S.; SYED, A.; ARNOLD, J.: *Investigation of Time-Dependent Instabilities of Plasma Spraying Process Using Online Diagnostic Systems*. International Thermal Spray Conference, Seattle, 2006.
- [58] LEBLANC, L.; MOREAU, C.: *The Long-Term Stability of Plasma Spraying* In: Journal of Thermal Spraying Technology, Bd.11 Nr. 3, 2001, JTTEE5 11:380-386, S. 380 - 386.
- [59] SHINODA, K; MURAKAMI, H; KURODA, S; TAKEHARA, K; OKI, S.: *In Situ Visualization of Impacting Phenomena of Plasma-Sprayed Zirconia From Single Splat to Coating Formation*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd.17 Nr. 5-6, 2008, JTTEE5 17:623-630 DOI: 10.1007/s11666-008-9221-1, S. 623- 630.
- [60] FAUCHAIS, P.; VARDELLE, A.; DUSSOUBS, B.: *Quo Vadis Thermal Spraying?* In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 10 Nr. 1, 2001, JTTEE5 10:44-66, S. 59, 44 - 66.
- [61] SAMPATH, S.; SRINIVASAN, V.; VALAREZO, A.; VAIDYA, A.; STREIBL, T.: *Sensing, Control, and In Situ Measurement of Coating Properties: An Integrated Approach Towards Establishing Process-Property Correlations*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd.18 Nr. 2, 2009, JTTEE5 18:243-255, DOI: 10.1007/s11666-009-9314-5, S. 243 - 255.
- [62] FAHRMEIER, L.; KNEIB, T.; LANG, S.: *Regression: Modelle, Methoden und Anwendungen*. 2. Auflage, Springer Verlag, Berlin, 2009, S. 161, 419, 477ff.
- [63] HARTUNG, J.; ELPELT, B.; KLÖSNER, K.H.: *Statistik: Lehr- und Handbuch der angewandten Statistik*. 14. Auflage, Oldenbourg Wissenschaftsverlag, München, 2005.
- [64] ECKEY, F.: *Deskriptive Statistik: Grundlagen-Methoden-Beispiele*. 5. Auflage, Gabler Verlag, Wiesbaden, 2008.



- [65] SCHEFFLER, E.: *Statistische Versuchsplanung und -auswertung*. 3. Auflage, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Stuttgart, 1997.
- [66] DIETRICH, E.; SCHULZE, A.: *Statistische Verfahren zur Maschinen- und Prozessqualifikation*. 5. Auflage, Hanser Verlag, München, 2009, S. 292ff.
- [67] HERRMANN, J.; FRITZ, H.: *Qualitätsmanagement – Lehrbuch für Studium und Praxis*. Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, 2011, S. 111ff.
- [68] GOTTWALD, W.: *Statistik für Anwender*. Wiley-VCH Verlag, Weinheim 1999, S. 114.
- [69] KASSNER, H.; HÖCK, E.; GARTNER, T.; SCHMÄSCHKE, O.; DENG, S.: *High efficient thermal spraying processes and strategies for aviation industry*. International Thermal Spray Conference, Hamburg, 2011.
- [70] LUNZE, J.: *Regelungstechnik 2: Mehrgrößensysteme, Digitale Regelung*. 3. Auflage, Springer Verlag, Berlin, 2005.
- [71] JASCHEK, H.; VOOS, H.: *Grundkurs der Regelungstechnik*. 15. Auflage, Oldenbourg Wissenschaftsverlag, München, 2010.
- [72] HOFFMANN, J.: *Taschenbuch der Messtechnik*. 4. Auflage, Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, Leipzig, 2004, S. 611
- [73] REUTER M.; ZACHER, S.: *Regelungstechnik für Ingenieure*. 10. Auflage, Vieweg Verlag, Wiesbaden, 2002, S. 186.
- [74] AMT AG: *Thermal Spray Systems*. Datenblatt MP-200 Beschichtungsanlage, 2010.
- [75] ZIELKE, R.; TILLMANN, W.; WANG, G.; SAUER, J.; TENKAMP, J.: *Prozessüberwachung beim thermischen Spritzen*. 18. Kolloquium Schallemission, Wetzlar, 2011.
- [76] LENAIN, J.F.; PATEYRON, B.: *New approaches of the forecast of the ageing of plasma jet nozzles in industrial settings of thermal spraying*. Les Rencontres Internationales sur la Projection Thermique (RIPT), Limoges, 2011.

- [77] CHEN, W.L.T.; HEBERLEIN, J.; PFENDER, E.: *Diagnostics of a Thermal Plasma Jet by Optical Emission Spectroscopy and Enthalpy Probe Measurements*. In: Plasma Chemistry and Processing, Bd. 14 Nr. 3, 1994.
- [78] GOTTSCHO, R.A.; MILLER, T.A.: *Optical Techniques in Plasma Diagnostics*. In: Pure and Applied Chemistry, Bd. 56 Nr. 2, 1984, S. 189-208.
- [79] RUSSELL, P.C.; DJAKOV, B.E.; ENIKOV, R.M.; OLIVER, D.H.; WEN, Y.; JONES, G.R.: *Monitoring plasma jets containing micro particles with chromatic techniques*. Sensor Review, Bd. 23 Nr. 1, 2003, S. 60-65
- [80] FAUCHAIS, P.; VARDELLE, M.: *Sensors in Spray Processes*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 19 Nr. 4, 2010, JT-TEE5 19:668-694, DOI: 10.1007/s11666-010-9485-0, S. 668-694.
- [81] SCHEIN, J.; FOSTER, G.: *Innovative high-speed camera system diagnostics of plasma torch fluctuations*. International Thermal Spray Conference, München, 2008.
- [82] ZIERHUT, J.: *Entwicklung von Diagnostikverfahren zur Optimierung von Plasmaspritzsystemen*. Dissertation, Universität der Bundeswehr München, 2000, S. 54.
- [83] STREIBL, T.: *Entwicklung eines bildgebenden Partikeldiagnostikverfahrens zur Untersuchung thermischer Spritzprozesse*. Dissertation, Universität der Bundeswehr München, 2002.
- [84] MAUER, G.; VASSEN, R.; STÖVER, D.: *Comparison and Applications of DPV-2000 and Accuraspray-G3 Diagnostic System*. In: Journal of thermal Spray Technology, Bd. 16 Nr. 3, 2007, JT-TEE5 16:414-424, DOI: 10.1007/s11666-007-9047-2, S. 414-424.
- [85] KURODA, S.; FUKUSHIMA, T.; KITAHARA, S.; FUJIMORI, H.; TOMITA, Y.; HORIUCHI, T.: *Monitoring of Thermally Sprayed Particles Using Thermal Radiation*. The Welding Institute, Bd. 2 Nr. 27, Cambridge / England, 1989.
- [86] FINCKE, J.R.; SWANK, W.D.; BEWLEY, R.L.; HAGGARD, D.C.; GEVELBER, M.; WROBLEWSKI, D.: *Diagnostics and control in the thermal spray process*. In: Surface and Coatings Tech-

- nology, Bd. 146 - 147, 2001, PII: S0257-8972Z01.01432-3, S. 537 - 543.
- [87] FAUCHAIS, P.; MONTAVON, G.: *Thermal and cold spray: recent developments*. In: Key Engineering Materials, Bd. 384, 2008, DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.384.1, S. 27, 59.
- [88] FINCKE, J.R.; HAGGARD, W.D.; SWANK, W.D.: *Particle Temperature Measurement in the Thermal Spray Process*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 10 Nr. 2, 2001, JT-TEE5 10:255-266, S. 255 - 266.
- [89] SULZER METCO: *Accuraspray-G3c*. Produkthandbuch, 2010.
- [90] ERNST, F.B.G.: *Qualitätskontrolle auf Basis optischer Prozessdiagnostik und neuronaler Netze beim Thermischen Spritzen*. Schriftenreihe Oberflächentechnik, Bd. 6, Shaker Verlag, Aachen, 2007, S. 40ff.
- [91] RENAULT, T.; BOSSOUTROT, C.; BRAILLARD, F.; BANSARD, S.; VARDELLE, M.; FAUCHAIS, P.: *A reliable and reproducible plasma spray process using on-line control*. Matériaux, Tours / Frankreich, 2002.
- [92] HESSE, S.; SCHNELL, G.: *Sensoren für die Prozess- und Fabrikautomation*. 4. Auflage, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2009, S. 233ff.
- [93] WROBLEWSKI, D.; REIMANN, G.; TUTTLE, M.; RADGOWSKI, D.; CANNAMELA, M.; BASU, S.N.; GEVELBER, M.: *Sensor Issues and Requirements for Developing Real-Time Control for Plasma Spray Deposition*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 19 Nr. 4, 2010, JTTEE5 19:723-735, DOI: 10.1007/s11666-010-9490-3, S. 723 - 735.
- [94] VATTULAINEN, J.; HÄMÄLÄINEN, E.; HERNBERG, R.; VUORISTO, P.; MÄNTYLÄ, T.: *Novel Method for In-Flight Particle Temperature and Velocity Measurements in Plasma Spraying Using a Single CCD Camera*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 10 Nr. 1, 2001, JTTEE5 10:94-104, S. 94 - 104.
- [95] RUCK, B.: *Einfluss der Tracerteilchengröße auf die Signalinformation in der Laser-Doppler-Anemometrie*. In: Technisches Messen, Bd. 57, Sonderdruck, 1990, S. 284 - 295.

- [96] THOMPSON, D.H.: *A Tracer-Particle fluid velocity meter incorporating a laser*. In: Journal of Physics E: Scientific Instruments, Bd. 1 Nr. 9, 1968, DOI: 10.1088/0022-3735/1/9/310.
- [97] MATEJICEK, J.; SAMPATH, S.: *In Situ Measurement of Residual Stresses and Elastic Moduli in Thermal Sprayed Coatings: Part1. Apparatus and Analysis*, Acta Materialia, Bd. 51 Nr. 3, 2003, S. 863- 872.
- [98] ZIMMERMANN, S.: *Particle Shape Imaging (PSI)- eine innovative Methode der Partikeldiagnostik bei thermischen Beschichtungsverfahren*. Dissertation, Universität der Bundeswehr München, 2007.
- [99] NAQWI, A.A.; MENON, R.; FINGERSON, L.M.: *An adaptive phase/Doppler system and its applications including particle sizing in submicron and nanometer ranges*. In: Experiments in Fluids, Bd. 20, Springer Verlag, 1996, S. 328 - 334.
- [100] SALIMIJAZI, H.R.; PERSHIN, L.; COYLE, T.W.; MOSTAGHIMI, J.; CHANDRA, S.; LAU, Y.C.; ROSENZWEIG, L.; MORAN, E.: *Measuring Substrate Temperature Variation During Application of Plasma-Sprayed Zirconia Coatings*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 16 Nr. 4, 2007, JTTEE5 16:580-587, DOI: 10.1007/s11666-007-9050-7, S. 580 - 587.
- [101] NADEAU, A.; POULIOT, L.; NADEAU, F.; BLAIN, J.; BERUBE, S.A.; MOREAU, C.; LAMONTAGNE, M.: *A New Approach to Online Thickness Measurement of Thermal Spray Coatings*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 15 Nr. 4, 2006, JTTEE5 15:744-749, DOI: 10.1361/105996306X147054, S. 745-749.
- [102] FAUCHAIS, P.; MONTAVON, G.; VARDELLE, M.; CEDELLE, J.: *Developments in direct current plasma spraying*. In: Surface and Coatings Technology Bd. 201, 2006, DOI: 10.1016/j.surfcoat.2006.04.033, S. 1908- 1921.
- [103] GEVELBER, M.; CUI, C.; VATTIAT, B.; WROBLEWSKI, D.; FINCKE, J.R.; SWANK, W.D.: *Real-Time Control for Plasma Spray: Production Issues and Distribution Implications*. International Thermal Spray Conference, 2003, S. 1 - 2.

- [104] BEALL, L.; DUAN, Z.; SCHEIN, J.; STACHOWICZ, M.; PLANCHE, M.P.; HERBERLEIN, J.: *Controls for Plasma Spraying based on plasma jet stability analysis*. International Thermal Spray Conference, 1998.
- [105] FRIIS, M.; PERSSON, C.: *Control of Thermal Spray Processes by Means of Process Maps and Process Windows*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 12 Nr. 1, 2003, JTTEE5 12:44-52, S. 44-52.
- [106] COLMENARES-ANGULO, J.; SHINODA, K.; WENTZ, T.; ZHANG, W.; TAN, Y.; SAMPATH, S.: *On the Response of Different Particle State Sensors to Deliberate Process Variations*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 20 Nr. 5, 2011, JTTEE5 20:1035-1048, DOI: 10.1007/s11666-011-9653-x, S. 1035-1048.
- [107] VAIDYA, A.; SRINIVASAN, V.; STREIBL, T.; FRIIS, M.; CHI, W.; SAMPATH, S.: *Process maps for plasma spraying of yttria-stabilized zirconia - An integrated approach to design, optimization and reliability*. In: Material Science and Engineering, Bd. 497, 2008, DOI: 10.1016/j.msea.2008.07.058, S. 239-253.
- [108] ZHANG, W.; SAMPATH, S.: *A Universal Method for Representation of In-Flight Particle Characteristics in Thermal Spray Processes*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 18 Nr. 1, 2008, JTTEE5 18:23-34, DOI: 10.1007/s11666-008-9214-0, S. 26.
- [109] LI, J.F.; LIAO, H.L.; DING, C.X.; CODDET, C.: *Optimizing the plasma spray process parameters of yttria stabilized zirconia coatings using a uniform design of experiments*. In: Surface and Coatings Technology, Bd. 160, 2005, DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2004.02.039, S. 34-42.
- [110] INDUSTRIEKERAMIK HOCHRHEIN GMBH: *Materials Guide for Thermal Spray Powders*. Produktkatalog, 2011, S. 26
- [111] KANTA, A.F.; MONTAVON, G.; VARDELLE, M.; PLANCHE, M.P.; BERNDT, C.C.; CODDET, C.: *Artificial Neural Networks vs. Fuzzy Logic: Simple Tools to Predict and Control Complex Processes-Application to Plasma Spray Processes*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 17 Nr. 3, 2008, JTTEE5 17:365-376, DOI: 10.1007/s11666-008-9183-3, S. 365-376.

- [112] FRIIS, M.; NYLÉN, P.; PERSSON, C.; WIGREN, J.: *Investigation of Particle In-Flight Characteristics during Atmospheric Plasma Spraying of Yttria-Stabilized Zirconia*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd.10 Nr.2, 2001, PII: S0257-8972Z01.01432-3, S. 301 - 310.
- [113] FINCKE, J.R.; SWANK, W.D.; HAGGARD, D.C.; DEMENY, T.M.; PANDIT, S.M.; KASHANI, A.R.: *Feedback Control of the Subsonic Plasma Spray Process: System Model*. National Thermal Spray Conference, Houston, 1995.
- [114] GEVELBER, M.; CUI, C.; VATTIAT, B.; FIELDMAN, Z.; WROBLEWSKI, D.; BASU, S.: *Real Time Control for Plasma Spray: sensor issues, torch nonlinearities, and control of coating thickness*. 2005, S. 2,5.
- [115] XIONG, H.B.; ZHENG, L.L.; VAIDYA, A.: *Melting and oxidation behavior of in-flight particles in plasma spray process*. In: International Journal of Heat and Mass Transfer, Bd. 48, 2005, DOI: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2005.07.019, S. 5121 - 5133.
- [116] SRINIVASAN, V.; SAMPATH, S.: *Estimation of Molten Content of the Spray Stream from Analysis of Experimental Particle Diagnostics*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 19 Nr. 1-2, 2009, JTTEE5 19:476-483, DOI: 10.1007/s11666-009-9439-6, S. 476- 483.
- [117] DÖREN J.: *Qualitätsmanagement und Neuronale Netze – ein Ansatz zur prädikativen Regelung thermischer Spritzprozesse*. Dissertation, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, 2007.
- [118] MOREAU, C.; BISSON, J.F.; LIMA, R.S.; MARPLE, B.R.: *Diagnostics for advanced materials processing by plasma spraying*. In: Pure and Applied Chemistry, Bd.77, 2005, DOI: 10.1351/pac200577020443, S. 450, 443- 462.
- [119] PUERTA, D.G.: *Accepted Practices of Thermal Spray Technology*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 15 Nr. 1, 2006, JTTEE5 15:31-32 DOI: 10.1361/105996306X92703, S. 32 - 32.
- [120] DZUR, B.: *Praktische Plasmaoberflächentechnik*. Eugen G. Leuze Verlag, Saulgau, 2011

- [121] OSEIR LTD.: *Spray Watch*. Produktdatenblatt, 2007.
- [122] MAUER, G.; VASSEN, R.; STÖVER, D.; KIRNER, S.; MARQUÉS, J.L.; ZIMMERMANN, S.; FORSTER, G.; SCHEIN, J.: *Improving Powder Injection in Plasma Spraying by Optical Diagnostics of the Plasma and Particle Characterization*. In: Journal of Thermal Spray Technology, Bd. 20 Nr. 1-2, 2010, JTTEE5 20:3-11, DOI: 10.1007/s11666-010-9577-x, S. 3ff.
- [123] MOREAU, C.; GOUGEON, P.; PRYSTAY, M.; LEBLANC, L.: *In-flight Particle Diagnostics for On-line Process Control during Deposition of Plasma-Sprayed TBCs*. National Aeronautics and Space Administration, Scientific and Technical Aerospace Reports, Bd. 36 Nr. 8, Langley / USA, 1997.
- [124] SCHAEFER, T.: *Statistik II: Inferenzstatistik*. VS Verlag für Sozialwissenschaften; 1. Auflage, Wiesbaden, 2010.

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Beschichtung einer Turbinenschaufel unter Verwendung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses [1]. . . . .	2
2.1	Keramische Wärmedämmschicht aus $\text{ZrO}_2$ -7 Ma.-%- $\text{Y}_2\text{O}_3$ auf einer vakuumplasmagespritzten NiCrAlY-Haftschrift im Ausgangszustand [8]. . . . .	9
2.2	(a) Prinzipdarstellung der Entstehung einer lamellaren, plasmagespritzten Schicht [18] und (b) Aufnahme der Bruchfläche einer atmosphärisch plasmagespritzten Wärmedämmschicht mit einem Rasterelektronenmikroskop [21]. . . . .	11
2.3	Prinzipdarstellung des thermischen Spritzprozesses [25].	14
2.4	Einteilung der thermischen Spritzverfahren nach Art des Energieträgers gemäß DIN EN 657: 2005 [24]. . . . .	15
2.5	Prinzipdarstellung des atmosphärischen Plasmaspritzprozesses [26]. . . . .	16
2.6	Charakteristische Heißgas- und Partikeleigenschaften bei der Energieübertragung auf ein Spritzpartikel [12]. . . .	18
2.7	(a) Idealisierter Material- und Wärmefluss in einem Partikel unmittelbar nach dem Auftreffen auf der Substratoberfläche [18]; (b) Partikeltemperatur über der Zeit: I Flug- / Aufheizphase; II Auftreffen auf dem Substrat, Verformung und Erstarrung; III Abkühlung auf Raumtemperatur [27]. . . . .	20
2.8	Oberflächenstruktur von (a) agglomeriert-gesinterten und (b) plasmaverdichteten, keramischen Pulvern [9]. . . . .	23
2.9	Aufbau eines (a) F4-Einlichtbogensystems und (b) Triplex-Mehrkathodenbrenners [54]. . . . .	31
2.10	Beispielhafter Abfall der elektrischen Spannung in zwei Langzeitversuchen über 40 Betriebsstunden, (a) ohne Neuzündung und (b) mit 325 Neuzündungen [57]. . . . .	32



2.11	Oberflächenverschleiß an Anoden- und Kathodenoberfläche nach (a) 6, (b) 33 und (c) 55 Betriebsstunden [58]. . . . .	33
2.12	Verkürzung der Lichtbogenlänge zwischen Kathode und Anode aufgrund des Elektrodenverschleißes: (a) neue Elektroden, (b) mit Elektrodenverschleiß (vgl. [55]). . . . .	34
2.13	Veränderung der Schichtstruktur einer $\text{ZrO}_2$ -7 Ma.-%- $\text{Y}_2\text{O}_3$ - Beschichtung über die Elektrodenlaufzeit: nach (a) 3, (b) 10 und (c) 37 Betriebsstunden [56]. . . . .	35
2.14	Lichtbogenspannung in Abhängigkeit des verwendeten Plasmagases [14]. . . . .	38
2.15	Auswirkungen ausgewählter Steuergrößen auf die Partikelparameter (a) Temperatur, (b) Geschwindigkeit und (c) Intensität. . . . .	40
2.16	Auswirkungen ausgewählter Steuergrößen auf (a) Spritzeffizienz und (b) Porosität. . . . .	41
3.1	Grafische Darstellung statistischer Versuchspläne: (a) vollfaktorieller $3^3$ -Versuchsplan, (b) teilfaktorieller $2^3$ Versuchsplan und (c) Box-Behnken-Versuchsplan [69] . . . .	44
3.2	Teilbereiche zur Aufteilung der Diagnostikverfahren [12, 120]. . . . .	50
3.3	(a) Thermografieaufnahme von Plasmaflammen verschiedener Plasmagase mittels einer CCD-Kamera und (b) 3-Dimensionale Darstellung der Plasmatemperaturen in einer Plasmaflamme mithilfe eines Computertomografen [11, 80, 122]. . . . .	53
3.4	DPV-2000 Freistrahlskan: Partikelgeschwindigkeitsverteilung im Spritzstrahl [84]. . . . .	54
3.5	Bedienoberfläche des Accuraspray-G3 Diagnostik-Systems mit der Abbildung des Spritzstrahls und der Intensitätsverteilung (orange) im Bereich der Kennlinie. . . . .	60
3.6	Temperatur und Krümmung eines Teststreifens über der Versuchslaufzeit [45]. . . . .	64
3.7	Versuchsaufbau zur Ermittlung von Echtzeit-Prozessgrößen mithilfe verschiedener Messsysteme [61]. . . . .	67
3.8	Möglicher Regelungsansatz beim thermischen Spritzen mit beispielhaften Kenngrößen [36]. . . . .	67

3.9	(a) <i>First Order Process-Map</i> mit den Auswirkungen der Steuergrößen auf Partikeltemperatur und -geschwindigkeit [45] und (b) <i>Second Order Process-Map</i> mit der Abhängigkeit der thermischen Leitfähigkeit der Schicht von den Partikeleigenschaften [107]. . . . .	69
3.10	Prinzipdarstellung der Veränderungen der (a) Anlagenparameter, (b) Partikelmessgrößen und (c) Beschichtungszielgrößen im ungeregelten atmosphärischen Plasmaspritzprozess. . . . .	79
4.1	Prinzipdarstellung des Regelungsansatzes zur Kompensation der verschleißbedingten Effekte auf die Beschichtungszielgrößen im atmosphärischen Plasmaspritzprozess. . . . .	83
5.1	Vorgehensweise zur Entwicklung einer Prozessregelung für atmosphärische Plasmaspritzprozesse. . . . .	85
5.2	Übersicht der an Gasturbinenschaufeln zu beschichtenden geometrischen Formen und der in der vorliegenden Arbeit verwendeten Messpunkte. . . . .	92
5.3	Bedienoberfläche der Regelungssoftware zur Ermittlung der Steuergrößenvorgabewerte auf Basis der Regelgrößen Partikelintensität, -geschwindigkeit und elektrischer Spannung. . . . .	94
5.4	(a) Metallografischer Schliff mit vier eingebetteten Probenplatten nach dem Schleifen und Polieren und (b) Porositätsmessung einer atmosphärisch plasmagespritzten, keramischen Wärmedämmschicht mit einer Porosität von 12,5 %. . . . .	95
6.1	Beschichtungsergebnisse über der Elektrodenlaufzeit im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung (Laufzeit > 40 h): (a) Schichtdicke und Schichtgewicht; (b) Porosität, ergänzt um die Darstellung charakteristischer Schichtmikrostrukturen. . . . .	99
6.2	Mikro- und makroskopische Veränderungen an Kathode und Anode über die Elektrodenlaufzeit aufgrund von Verschleiß: (a) Untersuchte Bereiche der Elektroden, (b) neue Elektrode, (c) Elektrode nach Langzeitbeschichtungsversuch. . . . .	101

6.3	Normierte Messergebnisse von elektrischer Spannung, Nettoleistung und Kühlleistung über der Elektrodenlaufzeit im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung.	103
6.4	Normierte Messergebnisse von Partikeltemperatur, -geschwindigkeit und -intensität über der Elektrodenlaufzeit im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung. . . . .	104
6.5	Korrelation der Partikelkenngrößen Temperatur und Intensität bezüglich der Beschichtungszielgröße Porosität im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung.	106
6.6	Vorgehensweise bei der Einschränkung und Identifikation potenzieller Regelgrößen. . . . .	107
6.7	Abhängigkeit von (a) Schichtdicke und (b) Porosität von den möglichen Regelgrößen Partikelintensität, Nettoleistung und Spannung im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung. . . . .	110
6.8	Beispielhafte Darstellung der Zusammenhänge zwischen potentiellen Steuer- und Regelgrößen anhand eines (a) Pareto- und (b) Haupteffektdiagramms für die Regelgröße Spannung. . . . .	116
6.9	Haupteffektdiagramme der Effekte der Steuergrößen auf die Regelgröße Partikelintensität. . . . .	118
6.10	Cubeplot-Darstellung der Zusammenhänge zwischen den drei Regelgrößen und den Beschichtungszielgrößen Schichtdicke (D), Schichtgewicht (G) und Porosität (p). . . . .	121
6.11	Normierte Schwankungen der (a) Anlagen- und (b) Partikelmessgrößen über eine Versuchslaufzeit von 1800 s. . . . .	125
6.12	(a) Partikeltemperatur und deren Durchschnitt bis zu diesem Zeitpunkt und (b) Häufigkeitsverteilung der Messwerte des 1800s-Versuches im Vergleich zur Normalverteilung. . . . .	126
6.13	(a) Variation der Steuergrößen im Bereich von $\pm 15\%$ und (b) Auswirkungen auf die Regelgrößen. . . . .	128
6.14	Vergleich der Streuung der 30s-Durchschnittswerte ( $n=50$ ) mit der messgerätespezifischen Toleranz (Herstellerangabe), den elektrodenverschleißbedingten Prozessschwankungen und dem maximal regelbaren Bereich durch Variation der Steuergrößen. . . . .	130

6.15	Haupteffektdiagramme der Steuergrößen auf die Regelgrößen (a) Partikeltemperatur und (b) Spannung. . . . .	133
6.16	Pareto-Diagramme mit den Haupt- und Wechselwirkungen der Steuer- auf die Regelgrößen. . . . .	134
6.17	Wechselwirkungen zwischen den Steuergrößen Stromstärke und Primärgas in Bezug auf die Regelgröße Partikelintensität. . . . .	135
6.18	Prinzipdarstellung des Beschichtungsverfahrens: (a) ohne Prozessregelung und (b) semi-automatische Prozessregelung (vgl. Schneider et al. [2]). . . . .	137
6.19	Regelungsprinzip auf Basis einer Vektoraddition im 3-dimensionalen Regelbereich mit den Steuergrößen Stromstärke (I), Primär- (PG) und Sekundärgas (SG). . . . .	138
6.20	Beschichtungsergebnisse über der Elektrodenlaufzeit im <i>T,v,U-Regelungsversuch</i> (Laufzeit > 40 h): (a) Schichtdicke und Schichtgewicht; (b) Porosität, ergänzt um die Darstellung charakteristischer Schichtmikrostrukturen. .	142
6.21	Verlauf der (a) Regel- und (b) Steuergrößen im <i>T,v,U-Regelungsversuch</i> über der Elektrodenlaufzeit. . . . .	143
6.22	Beschichtungsergebnisse über der Elektrodenlaufzeit im <i>Int,v,U-Regelungsversuch</i> (Laufzeit > 40 h): (a) Schichtdicke und Schichtgewicht; (b) Porosität, ergänzt um die Darstellung charakteristischer Schichtmikrostrukturen. .	145
6.23	Verlauf von (a) Regel- und (b) Steuergrößen über der Versuchslaufzeit im <i>Int,v,U-Regelungsversuch</i> . . . . .	147
6.24	Beispielhafte Trendbereinigung und Zentrierung anhand der Porositätsmesswerte im ungeregelten Langzeitbeschichtungsversuch. . . . .	150
6.25	Histogramme der Ergebnisse in den Langzeitbeschichtungsversuchen: (a) <i>ohne Prozessregelung</i> , (b) <i>T,v,U-</i> , (c) <i>Int,v,U-Regelung</i> . . . . .	151
6.26	Bruttoleistung über der Elektrodenlaufzeit in den Langzeitbeschichtungsversuchen. . . . .	154
6.27	Verlauf von (a) Partikelintensität im <i>T,v,U-Regelungsversuch</i> und (b) Partikeltemperatur im <i>Int,v,U-Regelungsversuch</i> über der Elektrodenlaufzeit. . . . .	156

6.28	Ergebnisse der Verifizierungsversuche: Beschichtungszielgrößen Schichtdicke, Schichtgewicht und Porosität für verschiedene Prozessregelungsansätze über der Versuchslaufzeit. . . . .	158
6.29	Mikrostrukturen der erzeugten Schichten in den Verifizierungsversuchen zu Anfang, Mitte und Ende der Versuchslaufzeit: (a) <i>ohne Prozessregelung</i> , (b) <i>Int,v,U-Regelung</i> , (c) <i>Leistungsregelung</i> und (d) <i>T,v,U-Regelung</i> . . .	160
6.30	Histogramme zum Schichtgewicht in den Verifizierungsversuchen mit $\pm 10\%$ Toleranzgrenzen: (a) <i>ohne Prozessregelung</i> , (b) <i>Int,v,U-Regelung</i> . . . . .	162
6.31	Verlauf der (a) Regel- und (b) Steuergrößen in den Verifizierungsversuchen (Auszug). . . . .	163
6.32	Beschichtungsergebnisse im ungeregelten und geregelten Langzeitbeschichtungsversuch unter Anwendung des alternativen, atmosphärischen Plasmaspritzprozesses: (a) Schichtdicke, (b) Schichtgewicht und (c) Porosität. . . .	169
6.33	Porosität in unterschiedlichen Bereichen der Turbinenschaufel über der Elektrodenlaufzeit unter Anwendung der <i>Int,v,U-Regelung</i> . . . . .	170
6.34	Veränderung der Mikrostruktur an der Druckseite im Blatt über der Versuchslaufzeit nach 4, 50 und 98 Stunden: (a) <i>ohne Prozessregelung</i> und (b) <i>Int,v,U-Prozessregelung</i> . . . . .	171
6.35	Verlauf der Regelgrößen im Langzeitbeschichtungsversuch ohne Prozessregelung und unter Anwendung der <i>Int,v,U-Regelung</i> . . . . .	172
6.36	Verlauf von (a) Brutto- und (b) Nettoleistung über der Elektrodenlaufzeit. . . . .	176

# Tabellenverzeichnis

2.1	Übersicht der Einflussgrößen beim Plasmaspritzen (Teil I) [9,12,16]. . . . .	22
2.2	Übersicht der Einflussgrößen beim Plasmaspritzen (Teil II) [9,12,16]. . . . .	23
2.3	Übersicht der Steuergrößen beim Plasmaspritzprozess [20].	25
2.4	Übersicht wichtiger Störgrößen und der induzierten Einflüsse auf den Beschichtungsprozess (Teil I) [2]. . . . .	27
2.5	Übersicht wichtiger Störgrößen und der induzierten Einflüsse auf den Beschichtungsprozess (Teil II) [2]. . . . .	28
3.1	Übersicht der Verfahren zur Untersuchung thermischer Plasmen. . . . .	52
3.2	Übersicht der Verfahren und Systeme zur Untersuchung der Partikeleigenschaften im Spritzstrahl. . . . .	55
3.3	Prozessregelungsansätze ohne Plasma- und Partikeldiagnostik. . . . .	70
3.4	Prozessregelungsansätze auf Basis quantitativer Partikeldiagnostik. . . . .	73
3.5	Prozessregelungsansätze auf Basis qualitativer Plasma- und Partikeldiagnostik. . . . .	76
5.1	Niveaus zur Ermittlung der Zusammenhänge zwischen potentiellen Steuer- und Regelgrößen. . . . .	88
6.1	Quantifizierung des Einflusses möglicher Regelgrößen auf die Beschichtungszielgrößen mithilfe von p-Werten und Korrelationskoeffizienten. . . . .	111
6.2	Ergebnisse des statistischen Versuchsplans zur Verifizierung der Zusammenhänge zwischen Steuer- auf Regelgrößen. . . . .	115

6.3	Analyse der Signifikanz der Zusammenhänge (p-Werte) zwischen möglichen Steuer- und Regelgrößen mithilfe einer multiplen linearen Regressionsanalyse. . . . .	115
6.4	Niveaustufen der statistischen Versuchsplanung zur Ermittlung des Einflusses potenzieller Regelgrößen auf die Beschichtungszielgrößen. . . . .	117
6.5	Analyse der Signifikanz der Zusammenhänge (p-Werte) zwischen möglichen Regel- und Beschichtungszielgrößen mithilfe einer multiplen linearen Regressionsanalyse. . .	119
6.6	Normierte Schwankungen der (a) Anlagen- und (b) Partikelmessgrößen über eine Versuchslaufzeit von 1800 s. .	126
6.7	Berechnung der Standardfehler zu den Messwerten der Beschichtungszielgrößen (vgl. Anhang I-3 a,b,c). . . . .	127
6.8	Normierte Effekte einer singulären Steuergrößenvariation von $\pm 15\%$ auf die Regelgrößen Partikeltemperatur (T), -intensität (Int), -geschwindigkeit (v) und Spannung (U). .	129
6.9	Ergebnisse der <i>t</i> -Tests an der unteren Toleranzgrenze (UTG) und oberen Toleranzgrenze (OTG) zur Evaluation der Aussagekraft des 30s-Durchschnittswertes. . . . .	131
6.10	Regressionskoeffizienten zwischen den Steuer- und Regelgrößen im <i>T,v,U-Regelungsversuch</i> . . . . .	141
6.11	Regressionskoeffizienten zwischen den Steuer- und Regelgrößen im <i>Int,v,U-Regelungsversuch</i> . . . . .	146
6.12	Vergleich der Prozessstabilität des unregulierten Beschichtungsprozesses und der Regelungsversuche anhand von Spannweite R, Prozessfähigkeit $c_{pk}$ und trendbereinigter Prozessfähigkeit $c_{pk,t}$ . . . . .	149
6.13	Prozessstabilität $c_{pk}$ und Spannweite R bezüglich der Beschichtungszielgrößen Schichtdicke, Schichtgewicht und Porosität in den Verifizierungsversuchen. . . . .	161
6.14	Steuer- und Regelgrößen im Verifizierungsversuch mit Angabe der Regelgrößenzielwerte und -genauigkeiten: (x) verwendet, (-) nicht verwendet. . . . .	162
6.15	Schichtdicke und Porosität in unterschiedlichen Bereichen der Turbinenschaufel: Mittelwert der Messwerte unabhängig von der Prozessregelung. . . . .	175
6.16	Regressionszusammenhänge des untersuchten Standardprozesses (A, B) und alternativen Beschichtungsprozesses (C). . . . .	178